



# Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des réacteurs à eau sous pression

Pauline Huguenin

## ► To cite this version:

Pauline Huguenin. Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des réacteurs à eau sous pression. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. NNT : 2012ENMP0069 . pastel-00818372

**HAL Id: pastel-00818372**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00818372>**

Submitted on 26 Apr 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**

**Spécialité "Sciences et génie des matériaux"**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Pauline HUGUENIN**

le 21 Décembre 2012

**Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers  
inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des  
réacteurs à eau sous pression**

Directeur de thèse : **Jérôme Crépin**  
Co-encadrement de la thèse : **Cécilie Duhamel**  
Co-encadrement de la thèse : **Henry Proudhon**

**Jury**

**M. Jacques FOCT**, Professeur émérite, unité Matériaux et transformation, Lille 1  
**M. Eric ANDRIEU**, Professeur, CIRIMAT-ENSIACET  
**M. Krzysztof WOLSKI**, Professeur, Ecole des Mines de Saint-Etienne  
**M. Emmanuel HERMS**, Ingénieur de recherche, LECA/ Saclay, CEA  
**M. François VAILLANT**, Ingénieur sénior, Les Renardières, EDF  
**M. Jérôme CREPIN**, Maître de recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech  
**Mme Cécilie DUHAMEL**, Chargée de recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech  
**M. Henry PROUDHON**, Chargé de recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Directeur de thèse  
Maître de thèse  
Maître de thèse



*Que l'importance soit dans ton regard, non dans la chose regardée*  
*A. Gide (Les Nourritures terrestres)*





## Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris ainsi qu'au Centre de recherche des Renardières (EDF R&D) au sein du département Matériaux et Mécanique des Composants, groupe Chimie Corrosion.

Je remercie tout d'abord Monsieur Foct, professeur émérite à l'Université de Lille 1, pour avoir assuré la présidence du jury de thèse. Je remercie également Messieurs Eric Andrieu, professeur à l'ENSIACET, et Krzysztof Wolski, professeur à l'Ecole des Mines de Saint Etienne pour avoir mobilisé leur temps et leurs compétences à l'évaluation de ce travail. Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Emmanuel Herms qui a accepté de faire partie de ce jury. Ses travaux sont abondamment cités dans ce texte, et sans sa participation à ce jury, mon travail ne serait pas abouti. Je le remercie très sincèrement pour les échanges que nous avons pu avoir sur l'amorçage au cours de ma thèse ainsi que pour sa coopération au lancement d'essais croisés EDF/CEA.

Arrivée au bout de ma rédaction, je réalise combien ce travail doit à la qualité de l'équipe qui m'a encadrée. Je remercie très chaleureusement François Vaillant, senior corrosion à EDF, qui m'a confié ce sujet de recherche et qui a su se rendre disponible pour m'aiguiller dans mes essais d'abord, dans mon analyse ensuite, et enfin pour me relire pendant un long processus de rédaction. Je remercie également Thierry Couvant, chef du projet COPRIN 2 pour la grande liberté qu'il m'a accordée dans mon travail. J'ai sans aucun doute insuffisamment sollicité ses compétences et c'est là un des mes regrets. Pour autant, il n'est pas facile pour un étudiant de faire exister ses travaux à côté de ceux d'un esprit aussi affûté.

Je conserve une grande admiration pour Jérôme Crépin, mon directeur de thèse. Merci pour son enthousiasme, sa psychologie et sa détermination à apporter des éléments de compréhension aux mécanismes d'amorçage de la CSC. Je reste convaincue qu'il m'a évité de me noyer dans les difficultés expérimentales (les autoclaves...) et m'a permis d'enrichir véritablement mon travail. Je remercie vivement Cécilie Duhamel, qui a été d'une grande disponibilité. Son intérêt pour mon travail a été une source vive d'encouragements. C'est également une correctrice redoutable d'efficacité, capable de surveiller le fond et la forme avec une égale précision. La quantité de rouge sur mes versions intermédiaires m'a parfois inquiétée, mais c'est un grand confort de retravailler sur des documents ainsi améliorés. Son aide pendant la dernière ligne droite avant l'envoi du manuscrit a été décisive. Enfin, la partie mécanique et l'utilisation de l'imagerie sous rayonnement synchrotron doivent beaucoup à Henry Proudhon. Je le remercie pour sa sympathie et le temps qu'il a consacré à mon étude.

J'ai ici à cœur de remercier Cécile Vautier qui a eu la rude tâche de m'aider à lancer les CSC. Ces essais sont particulièrement délicats à lancer et les autoclaves se sont révélés capricieux. Le banc 8, restera longtemps dans nos souvenirs. Patrick Bescond, je ne te remercierai jamais assez pour toutes les fois où tu es venu à notre secours. Tes conseils ont été précieux et j'aime à penser que tu m'as transmis un peu de tes compétences et de ton bon sens. Je me suis d'ailleurs équipée d'un maillet à la maison... Merci à tous les membres anciens et actuels du laboratoire Mécanique-Corrosion, Patrick Demasse, qui m'a formée aux essais sur autoclave en toute sécurité, Thierry Ghys, Patrick Bescond, Bruno Chaumeton, que j'ai souvent appelés à la rescousse pour ouvrir ou déplacer un autoclave. Patrick Le Delliou et Nicolas Rupin, merci pour votre aide avec Aster et la patience de vos explications.

Au Centre des Matériaux également, j'ai trouvé toute l'aide nécessaire au bon déroulement de ma thèse. Abdennour Meddour, tu m'as formée aux essais mécaniques et tu as su te rendre disponible pour m'aider lors de mes campagnes d'essais, pour les vrais problèmes comme pour les petits. Mon travail a également bénéficié de l'appui de Mohamed Sennour, qui avec une patience infinie a préparé une lame mince, la géométrie du prélèvement demandant une minutie parfaite. Je remercie Thilo Morgeneyer qui a passé plusieurs de mes échantillons à l'ESRF. Melchior Simon-Perret et Mathieu Touboul, mille mercis pour vos conseils pour installer la caméra et utiliser le logiciel Agnes. Je remercie chaleureusement Konaly Sar, l'ange gardien des doctorants du Centre. Nous te faisons mener la vie dure, mais que ferions-nous sans toi pour nous rappeler les délais ou les démarches !

En rédigeant ses derniers mots de mon manuscrit, j'ai une pensée toute particulière pour ceux avec qui je n'ai pas travaillé, mais dont l'amitié a embelli le quotidien de ces trois années de thèse. Aurélie Mabrouk, Nina Lorho, Sharfine Sahajane, Nicolas Huin, merci. Patrick Billard et Emmanuelle Pons, merci pour ces belles promenades en forêt de Fontainebleau. Je remercie aussi Hubert Catalette pour

ses conseils sur l'insertion professionnelle des doctorants. Mes premiers séjours au Centre des Matériaux ont été relativement solitaires, et puis une joyeuse équipe est arrivée. Mathieu et Melchior (deux fois merci), Adrien, Alice, Flora, Manu, Morgane, Laure line, Philippe, Auréliane, Jamel l'ancien et tous les autres, je ne vous oublie pas. Cela a été un plaisir de vous rencontrer. J'ai une pensée particulière pour Clara et son soutien généreux pendant mes derniers mois d'expérimental à EDF et pendant ma rédaction.

J'ai également à cœur de remercier mes collègues du VRA (Vallourec). C'est vous qui m'avez supportée au quotidien pendant que je travaillais le jour et rédigeais le reste de mon temps. Merci à Emmanuel Cini de m'avoir accordé sa confiance en me confiant des projets. Merci de me l'avoir maintenue sans trop s'effrayer de mes cernes. Merci Olivier, Aurélie, Meriem, Claude, Virginie, Christelle, Charles, Anissa, Mehdi....J'aime à croire que vous m'avez vite pardonné mes petits moments de bougonnements et mes grands moments de fatigue.

Je terminerai en remerciant mes proches dont l'amour et l'affection continuent de me porter. Ce travail de thèse est notre réussite à tous. Je remercie donc ma maman et Florent, l'indispensable compagnon de rédaction. A mon tour de t'encourager.

J'ai terminé ce manuscrit en pensant à mes grands parents: Papi, Mamie et mon pépé qui nous a quitté en Novembre dernier. «Et, quand il sera temps, si tu ne viens pas à Lagardère, Lagardère ira à toi».

On dit que les Inuits ont une dizaine de racines différentes pour construire des mots désignant la neige. Il ne m'en aurait pas fallu autant pour désigner l'amorçage. Mais cela, c'est déjà l'histoire de 280 pages qui suivent.

# Table des Matières

<b>1. INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>2</b>
<b>2. BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>6</b>
2.1. Contexte industriel : les centrales nucléaires à eau sous pression .....	6
2.1.1. Principe de fonctionnement.....	6
2.1.2. Circuit primaire .....	7
2.1.2.1. Milieu primaire .....	7
2.1.2.2. Matériaux utilisés .....	9
2.2. Présentation des aciers inoxydables austénitiques.....	9
2.2.1. Composition chimique.....	9
2.2.1.1. Rôle des éléments d'alliage.....	9
2.2.1.2. Limites de composition .....	9
2.2.2. Phases en présence .....	10
2.2.2.1. Traitement d'hypertrempe .....	10
2.2.2.2. Ferrite résiduelle.....	10
2.2.2.3. Transformation martensitique.....	11
2.2.3. Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques .....	11
2.2.3.1. Glissement des dislocations .....	12
2.2.3.2. Maclage .....	12
2.3. Corrosion sous contrainte.....	13
2.3.1. Retour d'expérience .....	13
2.3.2. Définition de la CSC.....	13
2.3.2.1. La CSC : un mode de corrosion localisée .....	13
2.3.2.2. Etapes de la CSC .....	14
2.3.3. Mécanismes de CSC .....	16
2.3.3.1. Compétition dissolution / passivation .....	16
2.3.3.2. Mécanismes basés sur la fragilisation par l'hydrogène.....	21
2.3.3.3. Oxydation assistée par la localisation de la déformation .....	23
2.3.3.4. Oxydation sélective aux joints de grains .....	24
2.3.4. Application à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu REB .....	25
2.3.4.1. Effet du milieu .....	25
2.3.4.2. Effet des paramètres « matériau » .....	26
2.3.4.3. Effet du chargement .....	30
2.3.4.4. Caractérisation des oxydes en pointe de fissure.....	32
2.3.4.5. Synthèse.....	34
2.3.5. Propagation des fissures de CSC en milieu REP .....	34
2.3.5.1. Effet du milieu .....	35
2.3.5.2. Effets des paramètres matériaux.....	40
2.3.5.3. Chargement mécanique .....	47
2.3.5.4. Sensibilité à la CSC : à la recherche du paramètre prépondérant.....	54
2.3.6. Amorçage : Paramètres influents en milieu primaire de REP .....	55
2.3.6.1. Ecrouissage .....	55
2.3.6.2. Effet du chargement appliqué.....	57
2.3.6.3. Température .....	60
2.3.6.4. Etat de surface.....	60
2.3.6.5. Oxydation.....	61
2.3.6.6. Conclusion .....	63
2.4. Modèles d'amorçage.....	63
2.4.1. Le modèle des indices .....	63
2.4.2. Améliorations du modèle des indices.....	64
2.4.2.1. Introduction de la contrainte effective $\sigma_{eff}$ pour prendre en compte la surface écrouie.....	64
2.4.2.2. Indice matériau : le rôle des carbures pour l'alliage 600 .....	65
2.4.2.3. Chemin de déformation .....	65
2.4.3. Utilisation dans un cadre statistique.....	67

2.4.4. Conclusion.....	68
2.4.5. Modèle de Garud.....	68
2.4.6. Conclusion sur les modèles d'amorçage .....	70
<b>3. MATERIAUX.....</b>	<b>74</b>
3.1. Les matériaux approvisionnés .....	74
3.1.1. Etat de réception .....	74
3.1.1.1. Composition chimique .....	74
3.1.1.2. Microstructure .....	75
3.1.1.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale .....	79
3.1.2. Pré-déformation par traction à froid pour les aciers 304L, 316L A et B.....	81
3.1.2.1. Préparation et prélèvement des éprouvettes écrouies par traction.....	82
3.1.2.2. Microstructure après pré-déformation .....	82
3.1.2.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale .....	82
3.1.3. Pré-déformation par laminage à froid pour les aciers 304L, 316L A et B .....	85
3.1.3.1. Préparation et prélèvement des éprouvettes écrouies par laminage.....	85
3.1.3.2. Microstructure .....	85
3.1.3.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale .....	86
3.2. Comportement mécanique .....	87
3.2.1. Conditions expérimentales .....	87
3.2.1.1. Eprouvettes.....	87
3.2.1.2. Dispositifs expérimentaux.....	87
3.2.2. Résultats des essais mécaniques.....	89
3.2.2.1. Essais de traction .....	89
3.2.2.2. Essais de fatigue oligocyclique.....	92
3.2.3. Identification des lois de comportement à la température ambiante .....	96
3.2.3.1. Forme de la loi de comportement retenue .....	96
3.2.3.2. Critère de plasticité utilisé.....	97
3.2.3.3. Base de données expérimentales à l'ambiante.....	98
3.2.3.4. Identification des paramètres de la loi de comportement à l'ambiante des aciers 304L et 316L : prise en compte de l'effet du trajet de chargement .....	99
<b>4. MISE EN PLACE EXPERIMENTALE ET METHODES DE DEPOUILLEMENT DES ESSAIS D'AMORÇAGE DE LA CSC.....</b>	<b>104</b>
4.1. Description des essais de CSC .....	104
4.1.1. Milieu primaire .....	104
4.1.2. Choix du type de chargement .....	104
4.1.3. Eprouvettes de CSC.....	105
4.1.3.1. Conditions de pré-déformation .....	105
4.1.3.2. Géométrie des éprouvettes .....	106
4.1.3.3. Calcul de $\sigma_{max}$ .....	109
4.1.4. Dispositifs expérimentaux .....	110
4.2. Dépouillements expérimentaux .....	111
4.2.1. Observations des amorces .....	111
4.2.1.1. Observations en surface.....	111
4.2.1.2. Observations sur coupe.....	112
4.2.2. Examen non destructif avec un rayonnement synchrotron à l'ESRF .....	118
4.2.2.1. Principe (Maire 2004) .....	118
4.2.2.2. Différentes méthodes d'imagerie par rayons X : radioagrapie et laminographie .....	119
4.2.2.3. Application de la radiographie à notre étude.....	119
4.2.2.4. Laminographie .....	120

<b>5. RESULTATS .....</b>	<b>124</b>
5.1. Essais de CSC sous chargement trapèze .....	124
5.2. Description des amorces de fissures de CSC .....	124
5.2.1. Longueur et profondeur des amorces de fissures de CSC .....	124
5.2.2. Morphologie de l'amorçage des fissures de CSC .....	127
5.2.3. Caractérisation d'une fissure en microscopie électronique en transmission. ....	129
5.2.3.1. Présentation de la démarche .....	129
5.2.3.2. Morphologie de la fissure et de la couche d'oxyde .....	132
5.2.3.3. Structure cristalline .....	133
5.2.3.4. Chimie de la couche d'oxyde .....	135
5.2.3.5. Conclusion .....	138
5.3. Matériaux écrouis par traction : 304L / 316L A .....	140
5.3.1. Choix du couple niveau de contrainte / durée d'essai .....	140
5.3.2. Essais sur matériaux pré-déformés par traction .....	141
5.3.2.1. Paramètres testés .....	141
5.3.2.2. Effet du trajet de chargement .....	145
5.3.2.3. Effet de la durée d'essai .....	146
5.3.2.4. Effet de la contrainte .....	147
5.3.2.5. Cartes de sensibilité à l'amorçage .....	154
5.3.2.6. Effet du matériau .....	157
5.3.2.7. Effet de la pré-déformation .....	157
5.3.3. Conclusion .....	158
5.4. Sensibilité comparée des aciers 316L A et B à l'amorçage des fissures de CSC à l'état laminé L(40%) .....	159
5.4.1. Rappels .....	159
5.4.2. Paramètres testés .....	159
5.4.3. Résultats sur matériaux pré-déformés par laminage .....	160
5.4.3.1. Effet de l'état de surface en fond d'entaille .....	163
5.4.3.2. Effet de la contrainte et de la durée .....	170
5.4.3.3. Effet matériau .....	172
5.5. Sensibilité comparée des aciers 316L A et B à l'amorçage des fissures de CSC après une pré-déformation par traction T(36%) .....	174
5.5.1. Paramètres testés .....	174
5.5.2. Résultats sur matériaux pré-déformés par traction .....	174
5.5.2.1. Effet de l'état de surface .....	177
5.5.2.2. Effet de la contrainte et de la durée d'essai .....	179
5.5.2.3. Effet matériau : 316L A vs 316L B .....	182
5.5.2.4. Effet de la pré-déformation : T(36%) vs L(40%) .....	184
5.5.3. Conclusion .....	186
<b>6. DISCUSSION .....</b>	<b>190</b>
6.1. Comparaison des conditions expérimentales des résultats recensés .....	190
6.2. Sensibilité des aciers inoxydables à l'amorçage des fissures de CSC .....	191
6.2.1. Pluralité de la notion d'amorçage .....	191
6.2.2. Profondeur critique de transition propagation lente / propagation rapide .....	193
6.2.3. Seuils d'écrouissage .....	197
6.2.4. Amorces et pénétrations d'oxyde .....	200
6.2.5. Analyse semi-statistique .....	200
6.2.5.1. Densité de fissures et de pénétrations .....	200
6.2.5.2. Profondeur de fissures .....	203
6.2.5.3. Conclusion .....	212
6.2.6. Critère global d'amorçage .....	212
6.3. Modèle des indices .....	216
6.3.1. Indice température .....	217
6.3.2. Effet du chargement sur la transition propagation lente / propagation rapide .....	219
6.3.2.1. Valeurs de K seuil : $K_{ISCC}$ ..	219

6.3.2.2. Indice contrainte .....	227
6.3.3. Effet du trajet de chargement.....	235
6.3.4. Effet de l'état de surface .....	238
6.3.4.1. Résultats disponibles : notre étude et celle du CEA .....	238
6.3.4.2. Caractérisation de la finition au fil diamanté par mesures de nano-dureté .....	240
6.3.4.3. Effet du fil diamanté .....	242
6.3.4.4. Effet de l'usinage par électro-érosion .....	244
6.3.5. Conclusion.....	245
<b>7. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>248</b>
7.1. Conclusion .....	248
7.2. Perspectives .....	250
<b>8. REFERENCES .....</b>	<b>254</b>
<b>ANNEXES .....</b>	<b>265</b>
A.1. Résultats des essais d'amorçage obtenus sur l'acier 316L B, L(40%), CEA.....	266
A.2. Identification de lois de comportement : application à l'acier 304L à l'ambiante .....	267
A.3. Calculs de la contrainte maximale et du taux de triaxialité des contraintes.....	275
A.4. Détails des résultats des essais d'amorçage à 360°C .....	278

*Introduction générale*

---



# 1. Introduction générale

La corrosion sous contrainte (CSC) est un mode d'endommagement qui conduit à la rupture fragile de matériaux habituellement ductiles sous l'action conjointe de l'environnement et d'une sollicitation mécanique. L'interaction entre ces trois paramètres (matériau, environnement, contrainte) est responsable de la fissuration par CSC : ni le milieu d'exposition ni le niveau de contrainte appliqué ne peuvent générer à eux seuls la ruine du composant ou de l'éprouvette.

Les aciers inoxydables de type 304L et 316L sont largement employés dans le circuit primaire des centrales nucléaires à Réacteurs à Eau sous Pression (REP) du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée à haute température. Ils sont utilisés pour différents composants tels que les cannes chauffantes de pressuriseur, les joints CANOPY, les épingles de thermocouples ainsi que diverses tuyauteries primaires. Ils sont alors exposés au milieu primaire, fluide caloporteur qui assure le transfert de chaleur du cœur du réacteur vers le générateur de vapeur. Le milieu primaire est constitué d'eau pure, de bore sous forme d'acide borique et de lithium sous forme de lithine. L'ajout d'hydrogène assure le potentiel réducteur du milieu primaire.

Cette étude s'inscrit dans le cadre général d'une politique d'optimisation de la maintenance afin de fiabiliser la production d'énergie. En effet, quelques cas de corrosion sous contrainte de type intergranulaire ont été rapportés en milieu primaire nominal sur des aciers inoxydables. Les expertises réalisées sur les cas de fissuration par CSC observés sur site ont mis en évidence les caractéristiques suivantes :

- amorçage dans des zones fortement écrouies. Des valeurs très élevées de la dureté ont été mesurées lors des expertises : de 280 HV à près de 400 HV,
- température élevée ( $> 320^{\circ}\text{C}$ ),
- temps d'exposition longs (en général 50 000 à 100 000 h),
- absence de sensibilisation du matériau (déchromisation aux joints de grains par précipitation de carbures de Cr),
- absence de pollution du milieu.

Un retour d'expérience existe également pour la fissuration intragranulaire par CSC. On retiendra que l'ordre de grandeur des profondeurs mesurées est le millimètre.

Les conditions nécessaires à la propagation des fissures de CSC pour les aciers inoxydables écrouis ont été identifiées lors d'un programme de recherche, lancé au début des années 2000. Il a été démontré qu'une pré-déformation importante associée à un chargement cyclique favorise ce mode d'endommagement. Une étude paramétrique de la vitesse de propagation des fissures de CSC a permis d'identifier l'effet des caractéristiques de cyclage et de proposer un cycle trapèze optimal pour étudier la fissuration par CSC. De plus, un trajet de déformation complexe conduit majoritairement à des fissures de CSC de morphologie intergranulaire tandis qu'un trajet de déformation monotone favorise la fissuration par CSC intragranulaire.

La présente étude vise désormais à améliorer la compréhension du rôle de la pré-déformation par traction ou par laminage sur les mécanismes d'amorçage de la CSC pour les aciers inoxydables. Elle permettra également de développer un modèle semi-empirique de l'amorçage de la CSC intergranulaire des aciers inoxydables 304L et 316L pré-déformés par traction ou laminage. L'amorçage est généralement défini par la réunion des étapes d'incubation et de propagation lente.

Pour parvenir à notre objectif, il faudra apporter des éléments de réponse aux interrogations suivantes.

Quelle définition de l'amorçage est adaptée à notre étude?

Comment étudier de façon fiable l'amorçage, qui est un mécanisme, par nature, statistique?

Comment définir la transition entre amorçage et propagation? Cette transition est nécessaire pour développer un modèle empirique.

Quels sont les effets respectifs du niveau de pré-déformation, du trajet de déformation et des procédés d'écrouissage? Quel est le paramètre prépondérant pour expliquer l'effet observé de l'écrouissage sur la sensibilité à l'amorçage des fissures de CSC?

Observe-t-on des différences de sensibilité à l'amorçage d'un matériau à l'autre? Quelles sont les parts respectives de l'écrouissage et de la composition chimique, dont l'effet pourrait être défini par l'énergie de défaut d'empilement, sur la sensibilité à l'amorçage?

Quel est l'effet de l'application d'un chargement cyclique sur la réponse en déformation du matériau?

Pour répondre à ces questions, des matériaux ont été écrouis à l'ambiante par traction et par laminage. Le comportement mécanique des matériaux écrouis a été caractérisé afin de déterminer l'effet d'un trajet de chargement complexe sur la réponse mécanique du matériau. Des essais d'amorçage en milieu primaire simulé ont été réalisés sur des éprouvettes entaillées préalablement pré-déformées par traction ou par laminage. Les éprouvettes ont été expertisées sur coupe et des méthodes non destructives ont été mises en œuvre pour vérifier la représentativité de ces résultats sur coupe.

La présente étude s'articule en quatre chapitres.

Le premier chapitre apportera une vision d'ensemble de la compréhension actuelle des mécanismes intervenant lors de la fissuration par corrosion sous contrainte en milieu bouillant des réacteurs à eau bouillante (REB), qui a été largement étudiée, et en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression (REP). Les paramètres pertinents pour modéliser la vitesse de propagation seront examinés ainsi que les données actuellement disponibles pour modéliser le temps d'amorçage. Un intérêt particulier sera apporté aux modèles empiriques disponibles.

Le deuxième chapitre fournit la description de la microstructure et du comportement mécanique des matériaux de l'étude.

Le troisième chapitre présente les techniques expérimentales mises en œuvre pour étudier l'amorçage des fissures de CSC. Les méthodes de dépouillement sont détaillées. Elles visent à obtenir une information représentative de la sensibilité du matériau à l'amorçage, à partir d'observations partielles.

Le quatrième chapitre de cette étude est dédié à la présentation des résultats des essais d'amorçage de la CSC. L'ensemble des essais réalisés a permis de définir des cartes de sensibilité à l'amorçage dans l'espace chargement / durée d'essai.

Enfin, le cinquième chapitre est consacré à la discussion des résultats expérimentaux. On s'attachera à mettre en évidence les effets de la pré-déformation et du trajet de chargement sur l'amorçage. Puis, les effets des paramètres étudiés sur le franchissement de la transition propagation lente / propagation rapide seront discutés en vue d'une modélisation empirique.



*Bibliographie*

---

## 2. Bibliographie

Cette étude porte sur les aciers inoxydables austénitiques écrouis et non sensibilisés. Lorsque les informations sont lacunaires pour les matériaux de l'étude, certaines données portant sur les aciers inoxydables sensibilisés ou sur les alliages base nickel seront présentées.

L'objectif principal de ce chapitre est de présenter la compréhension actuelle des mécanismes intervenant lors de la fissuration par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables dans l'industrie nucléaire, hors présence d'espèces telles que les chlorures et les sulfates, bien connues pour favoriser la CSC, par exemple, dans le milieu secondaire des réacteurs à eau sous pression (REP). Les modèles proposés dans la littérature ainsi que l'influence des principaux paramètres sont présentés et confrontés pour deux milieux : le milieu des réacteurs à eau bouillante (REB), largement étudié, et le milieu primaire des REP. Les connaissances disponibles sur la propagation des fissures par CSC permettent de mieux appréhender les mécanismes à l'origine de leur amorçage, phénomène encore peu étudié dans le cas des aciers inoxydables austénitiques écrouis et exposés au milieu primaire nominal des REP.

La première partie de ce chapitre présente le contexte industriel de notre étude. La deuxième partie est dédiée à la présentation des aciers inoxydables austénitiques. On s'attachera à décrire les paramètres chimiques et / ou mécaniques pouvant favoriser ou retarder la fissuration par CSC. La troisième partie décrit le phénomène de fissuration par corrosion sous contrainte dans les milieux REB et REP. Les étapes d'amorçage et de propagation sont définies. Les principaux mécanismes proposés pour rendre compte de la fissuration par CSC sont présentés. Puis, l'influence de différents paramètres sur la sensibilité à la CSC en milieu REB et en milieu REP (phase de propagation, mieux connue, puis phase d'amorçage) est décrite. Enfin, la quatrième partie de ce chapitre est consacrée aux modèles empiriques disponibles qui visent à prédire le temps nécessaire pour l'amorçage de fissures sur site c'est-à-dire l'établissement d'une fissure suffisamment longue pour être détectée.

### 2.1. Contexte industriel : les centrales nucléaires à eau sous pression

#### 2.1.1. Principe de fonctionnement

Les réacteurs nucléaires à eau sous pression (REP) sont des réacteurs dits de génération II dont le schéma de fonctionnement est représenté Figure 2-1. Ils sont principalement utilisés en Europe, aux Etats-Unis et au Japon. Dans le cœur du réacteur, la réaction de fission en chaîne produit de la chaleur qui est transportée aux générateurs de vapeur par le milieu primaire, fluide caloporteur principalement composé d'eau sous pression. Dans le circuit primaire, l'eau est maintenue sous pression pour prévenir son ébullition. La température du milieu primaire est voisine de 325°C en branche chaude, 286°C en branche froide et peut atteindre 345°C au niveau du pressuriseur. Au niveau du générateur de vapeur, la chaleur est transférée via une série de tubes au milieu secondaire (275°C), ce qui provoque l'évaporation de l'eau du milieu secondaire. La vapeur d'eau entraîne une turbine dont la rotation entraîne celle de l'alternateur qui produit de l'électricité. Le transfert de chaleur est accompli sans mélange de fluide entre le milieu primaire et le milieu secondaire (en l'absence de fuite).

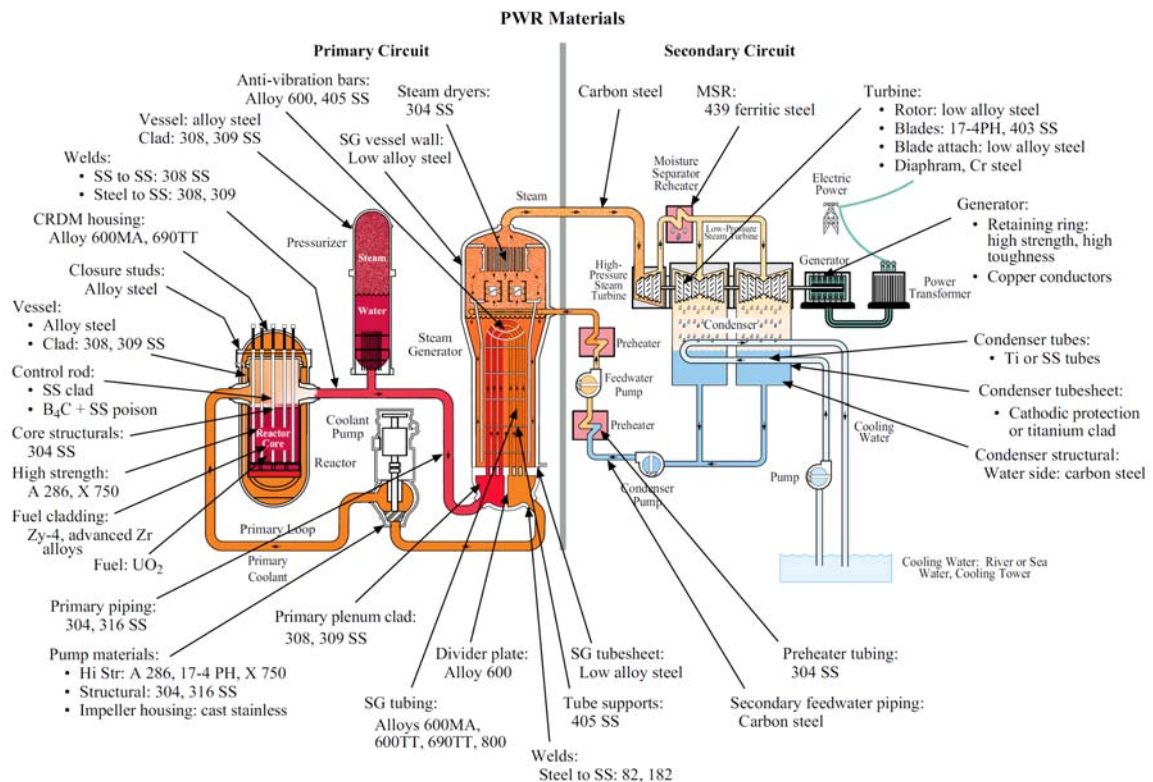


Figure 2-1 : Schéma d'un Réacteur à Eau sous Pression (REP) et nature des différents matériaux employés (Ballinger 2008)

## 2.1.2. Circuit primaire

Le circuit primaire de REP est le circuit fermé d'eau sous pression qui assure le transfert de chaleur du cœur du réacteur vers le milieu secondaire. Il comprend la cuve, les générateurs de vapeur, les pompes primaires, le pressuriseur ainsi que les tuyauteries primaires.

### 2.1.2.1. Milieu primaire

Le milieu primaire de REP est composé majoritairement d'eau pure désaérée ( $[O_2] < 10$  ppb) à laquelle sont ajoutés du bore sous forme d'acide borique  $H_3BO_3$ , du lithium sous forme de lithine ( $LiOH$ ,  $H_2O$ ) et de l'hydrogène dissous. Le bore absorbe les neutrons, permettant ainsi de réguler la réaction nucléaire de fission. Sa concentration varie entre 1800 ppm et 1 ppm en fonction de l'activité du combustible, entre le début et la fin d'un cycle (soit une durée de 3 ans). La lithine est ajoutée au milieu pour tamponner le pH et le conserver proche de la neutralité ( $pH_{300^\circ C} = 7,2$ ). Sa concentration (entre 2,2 ppm et 0,5 ppm) est ajustée en fonction de la concentration en acide borique (voir Figure 2-2).

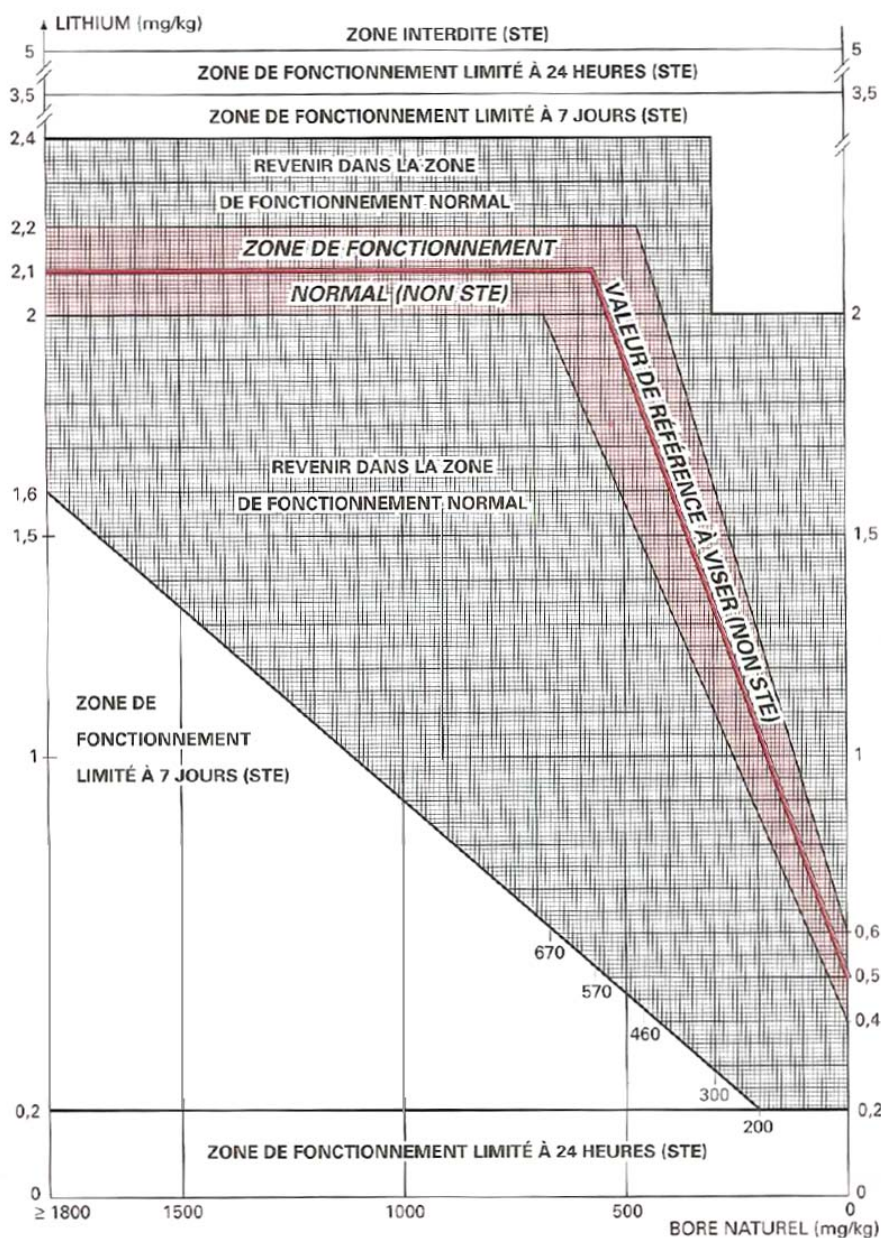


Figure 2-2 : Ajustement de la teneur en lithium en fonction de la teneur en bore dans le circuit primaire (Stutzmann 1997)

Une suppression d'hydrogène est introduite dans le milieu afin, d'une part, d'éviter la radiolyse de l'eau et d'autre part, de maintenir le milieu primaire dans des conditions réductrices. La teneur en hydrogène dissous est comprise entre 20 cc/kgH<sub>2</sub>O et 50 cc/kgH<sub>2</sub>O, le maximum visé étant de 35 cc/kgH<sub>2</sub>O. La solution est maintenue à une température comprise entre 286°C en branche froide et 325°C en branche chaude et sous une pression de 155 bars assurée par le pressuriseur (345°C). Les teneurs en impuretés doivent rester inférieures aux spécifications (Tableau 2-1).

Tableau 2-1 : Teneurs spécifiées (en masse) des éléments en solution et des impuretés - Milieu primaire

Elément	B	Li	Cl	SO <sub>4</sub>	Si	Al	Ca	Na
Spécifications (ppm)	A ajuster	A ajuster	<0,15	<0,15	<1	<0,05	<0,05	<0,2

### 2.1.2.2. Matériaux utilisés

Afin de résister à l'agressivité de telles conditions d'exploitation, les principaux matériaux de construction du circuit primaire sont :

- les alliages de nickel de type 600 (15% Cr) à l'état MA (*Mill-Annealed*, traitement thermique de 15 minutes à 980°C) et TT (Traitement Thermique supplémentaire de 16h à 700°C) remplacés progressivement par l'alliage 690 TT (30% Cr) ainsi que leurs soudures, respectivement les alliages de type 182 (15% Cr) ou 82 (20% de Cr) et les alliages de type 152 et 52 (30% Cr),
- les aciers inoxydables austénitiques et leurs soudures. L'une des spécificités du parc français réside dans l'utilisation de nuances dites bas carbone. Dans cette étude, nous nous intéresserons uniquement aux aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L.

Les alliages de nickel sont utilisés pour les traversées de couvercle et fond de cuve, les tubes des générateurs de vapeur, les supports M (utilisés pour les internes de cuve inférieurs). Les aciers inoxydables sont employés pour les revêtements de cuve, les revêtements des bols des générateurs de vapeur, les internes de cuve ainsi que les tuyauteries primaires et auxiliaires.

## 2.2. Présentation des aciers inoxydables austénitiques

### 2.2.1. Composition chimique

Les aciers inoxydables austénitiques ont une teneur en chrome supérieure à 12% en masse ce qui les protège de la corrosion généralisée par l'eau du milieu primaire. La sensibilisation, conséquence d'une précipitation de carbures de chrome aux joints de grains suite à un maintien prolongé à une température comprise entre 500°C et 800°C, rend les aciers inoxydables vulnérables à la corrosion intergranulaire. Un soin particulier est donc apporté afin d'éviter le domaine de sensibilisation, par exemple en évitant les traitements thermiques de détentionnement après soudage.

#### 2.2.1.1. Rôle des éléments d'alliage

Le chrome étant un élément alphasène qui stabilise la phase cubique centrée (ferrite), du nickel gammagène est ajouté pour stabiliser la phase austénitique (Cubique à Faces Centrées) à la température ambiante. Plus la teneur en nickel est élevée, plus grande est la stabilité vis-à-vis de la transformation martensitique induite par trempe et plus la teneur en ferrite résiduelle est faible. Les aciers austénitiques utilisés sur le parc français sont à bas carbone (< 0,03%) pour éviter la corrosion intergranulaire par déchromisation des joints de grains suite à la précipitation de carbures de chrome. Les teneurs faibles en carbone pourraient entraîner une diminution des propriétés mécaniques mais elles sont compensées par l'introduction d'azote interstitiel. L'azote stabilise efficacement l'austénite, il a une meilleure solubilité dans l'austénite que le carbone et a un effet durcissant important. La solubilité de l'azote dans l'acier est augmentée par l'ajout de manganèse, qui est un élément gammagène améliorant l'aptitude à l'écrouissage. Le molybdène améliore la résistance aux piqûres en augmentant le potentiel de piqûration.

#### 2.2.1.2. Limites de composition

Le RCCM (règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP), impose des teneurs limites en éléments d'alliage des aciers inoxydables utilisés sur le parc français. Les deux principaux aciers inoxydables utilisés sont l'acier 304L et l'acier 316L (Tableau 2-2). Les aciers équivalents définis dans les normes européennes sont respectivement l'acier X2CrNi18-10 et l'acier X2CrNiMo17-12-2.

**Tableau 2-2 : Spécifications RCCM : teneur en éléments d'alliage (% massique) des aciers 304L et 316L**

	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	Co	Cu	Ti	Al
<b>Spécifications RCCM 304L</b>	<0,03	<0,03	<0,045	<1	<2	8 - 12	17 - 20				<1,0		
<b>Spécifications RCCM 316L</b>	<0,03	<0,03	<0,040	<1	<2	10 - 14	16 - 19	2,25 - 2,75	<0,06		<1,0		



## 2.2.2. Phases en présence

Les aciers inoxydables austénitiques ne sont pas dans un état thermodynamique stable (Figure 2-3). Ils sont traités thermiquement pour stabiliser la phase austénitique à température ambiante. De ce fait, une fraction de ferrite résiduelle  $\delta$  peut être présente dans le matériau. De plus, lors de l'écrouissage, certains aciers inoxydables austénitiques sont le siège d'une transformation martensitique. La description de la microstructure d'un acier inoxydable austénitique écroui passe par la quantification des phases en présence.

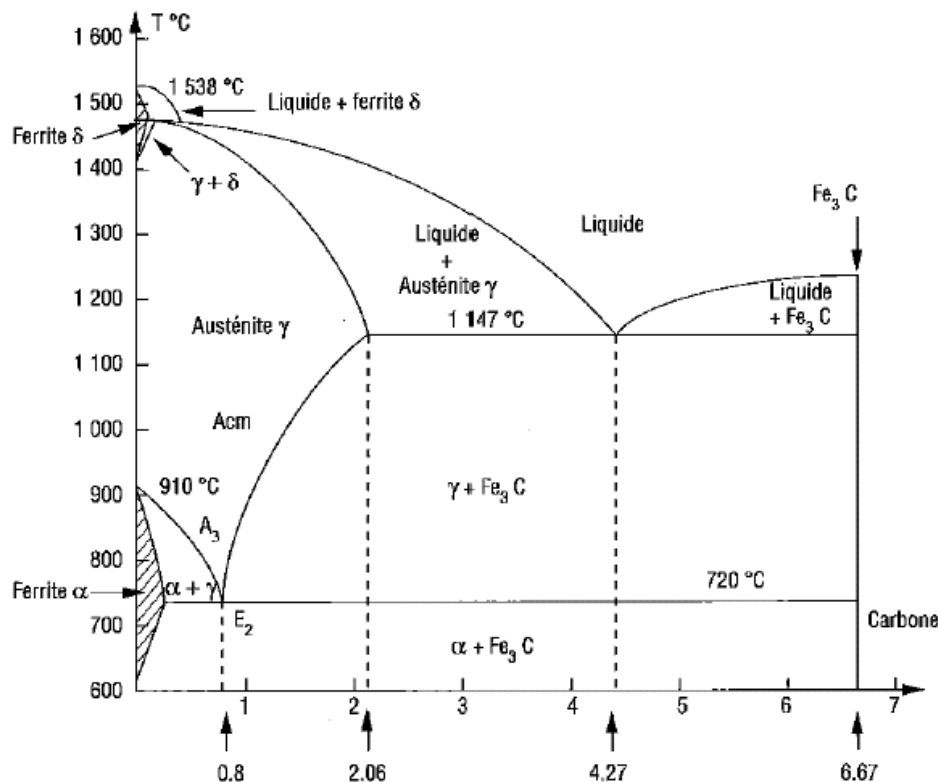


Figure 2-3 : Diagramme d'équilibre Fe-C (Béranger 1994)

### 2.2.2.1. Traitement d'hypertrempe

L'état d'équilibre à la température ambiante correspond à un état triphasé composé d'austénite, de ferrite et de carbures de chrome. La solubilité du carbone diminue quand la température diminue (Figure 2-3). Par conséquent, un traitement thermique d'hypertrempe est appliqué afin de stabiliser la phase austénitique à température ambiante. Il consiste en un recuit d'austénitisation entre 1000 °C et 1150 °C suivi d'un refroidissement rapide (en général de 30 minutes à 1 heure) donnant lieu à une solution solide métastable sursaturée en carbone et donc à une absence de carbures.

### 2.2.2.2. Ferrite résiduelle

La ferrite  $\delta$  de structure cristalline cubique centrée est ferromagnétique, ce qui permet de la quantifier par des méthodes de mesure du champ magnétique (ferritscope ou sigmamètre). La ferrite est plus dure que l'austénite : elle conduit à la localisation des déformations ou des contraintes dans les grains austénitiques adjacents. En effet, la ferrite est une source d'hétérogénéités et d'incompatibilités de déformation facilitant l'amorçage des fissures intergranulaires, comme l'attestent les observations MET réalisées à l'interface austéno-ferritique. Elles montrent que la ferrite multiplie les systèmes de glissement activés dans l'austénite : les interfaces austéno-ferritiques sont les sites privilégiés de l'amorçage en fatigue (Rho 1998).

### 2.2.2.3. Transformation martensitique

La phase austénitique  $\gamma$ , cubique à faces centrées, peut se transformer en martensite  $\alpha'$  ferromagnétique dont la structure tétragonale centrée est dérivée de celle de la ferrite  $\alpha$  avec les atomes de carbone en sites interstitiels octaédriques. Cette transformation de l'austénite vers la martensite ( $\gamma \rightarrow \alpha'$ ) peut être obtenue par trempe à basse température ou par déformation plastique. Dans tous les cas, elle est réalisée selon un mécanisme de cisaillement sans phénomène de diffusion (mécanisme displacif). Une phase martensitique hexagonale compacte non magnétique  $\varepsilon$  peut apparaître en cours de transformation martensitique :  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  ou  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ . La martensite  $\varepsilon$  peut n'être qu'une simple étape vers la martensite  $\alpha'$ . La martensite  $\varepsilon$  apparaît par trempe à  $-196^\circ\text{C}$  si l'énergie de défaut d'empilement (EDE) est inférieure à  $43 \text{ mJ.m}^{-2}$ , et par trempe ou écrouissage à la température ambiante si l'énergie de défaut d'empilement (EDE) est inférieure à  $30 \text{ mJ.m}^{-2}$  (Bavay 1990).

La transformation martensitique spontanée par refroidissement débute à partir de la température  $M_s$  qui dépend des teneurs en éléments d'alliage. Plus un acier est allié, plus il est stable vis-à-vis de la transformation martensitique. Il est à noter que la transformation martensitique par refroidissement se produit avec une augmentation de volume qui crée de fortes contraintes de compression stabilisant l'austénite.

Une transformation martensitique peut en outre avoir lieu sous l'effet de la déformation plastique pour une température  $T$  comprise entre les températures des points  $M_s$  et  $M_d$  représentant les températures de début et de fin de transformation martensitique par déformation plastique. La déformation facilite la germination de la martensite par cisaillement. La proportion de martensite  $\alpha'$  ainsi formée dépend de la composition chimique de l'acier, du mode de déformation, de la vitesse et de la température de déformation ainsi que de la quantité de déformation plastique (Figure 2-4). Pour les aciers inoxydables austénitiques, la température du point  $M_s$  correspond à une température très inférieure à la température ambiante ( $M_s < -250^\circ\text{C}$ ). A la température  $M_{d30}$  comprise entre  $M_s$  et  $M_d$ , une déformation vraie de 30% produit 50% de martensite d'écrouissage. Au-delà de  $M_d$ , aucune transformation martensitique n'est possible. En dessous de  $M_f$ , la transformation martensitique est complète. Entre  $M_s$  et  $M_f$ , la proportion de martensite ne dépend que de la température.

Il a été montré, pour un acier 18-8 bas carbone (acier 301L), qu'aux faibles déformations imposées par traction, la proportion de phase  $\varepsilon$  est supérieure à celle de martensite  $\alpha'$ . Au-delà d'une déformation par traction de 10%, la proportion relative de phase  $\alpha'$  augmente rapidement. La martensite  $\alpha'$  est alors formée préférentiellement à la martensite  $\varepsilon$  (Lacombe 1990).

La température de réversion de la martensite est comprise entre  $150^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$  pour la martensite  $\varepsilon$  et entre  $400^\circ\text{C}$  et  $800^\circ\text{C}$  pour la martensite  $\alpha'$ .

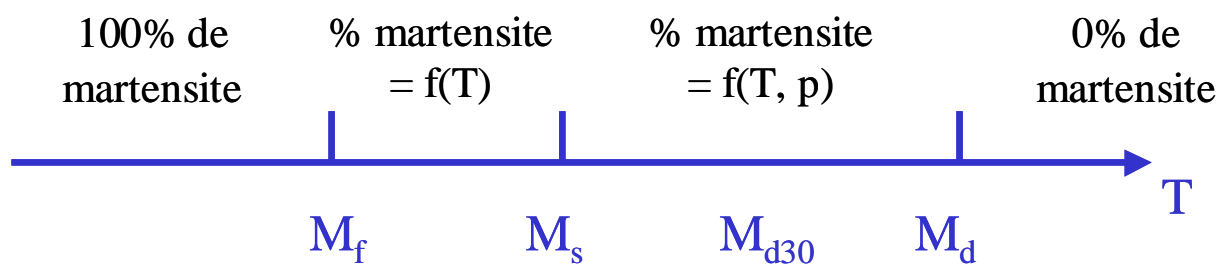


Figure 2-4 : Stades de la transformation martensitique en fonction de la température  $T$  et de la déformation plastique  $p$

La formation de martensite d'écrouissage augmente la résistance mécanique du matériau ( $R_{p0.2}$  et  $R_m$ ). Il a été montré que la contrainte d'écoulement plastique dépendait du volume de martensite d'écrouissage présente dans le matériau (Ludwigson 1969). Par contre, la ténacité diminue d'un facteur deux lorsque 5% de martensite s'est formée (Purtscher 1987).

### 2.2.3. Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques

L'Energie de Défaut d'Empilement (EDE) est un paramètre d'importance fondamentale pour les propriétés mécaniques des structures cubiques à faces centrées. Pour les aciers inoxydables austénitiques, il est admis que l'EDE gouverne les mécanismes de déformation plastique mis en jeu.

L'énergie de défaut d'empilement (EDE) de l'austénite à la température ambiante peut être calculée à partir des compositions chimiques massiques avec la relation (2-1) (Pickering 1984) :

$$\text{EDE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn). \quad 2-1$$

La valeur de l'EDE des aciers inoxydables est généralement voisine de  $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ , mais suivant les teneurs en éléments d'alliage, elle peut facilement varier entre 10 et  $70 \text{ mJ.m}^{-2}$  (Jiao 2007). La déformation plastique se produit par transformation martensitique aux faibles valeurs de l'EDE, par glissement planaire ou maclage aux valeurs intermédiaires (18 à  $45 \text{ mJ.m}^{-2}$ ), par montée des dislocations pour les valeurs élevées. La compétition entre glissement planaire ou maclage et glissement dévié est étroitement liée à la valeur de l'EDE (Lu 2011).

Les mécanismes possibles de déformation des aciers inoxydables austénitiques, dans la gamme de température qui nous intéresse [ambiante ;  $400^\circ\text{C}$ ], sont :

- la transformation martensitique (décrite au Paragraphe 2.2.2.3),
- le glissement des dislocations le long des plans cristallographiques,
- le maclage.

### 2.2.3.1. Glissement des dislocations

A basse température ( $T < 1/3.T_{\text{fusion}}$ ), la déformation plastique des structures CFC est surtout due à la multiplication et au glissement des dislocations.

Si l'énergie de défaut d'empilement (EDE) est supérieure à  $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ , les dislocations parfaites glissent sur les plans denses  $\{111\}$  et dans les directions denses  $\langle 110 \rangle$ , car la contrainte de cisaillement (contrainte de Peierls-Nabarro) nécessaire pour déplacer une dislocation y est minimale. Les valeurs élevées de l'EDE favorisent l'activation du glissement dévié des dislocations vis. La déformation est peu localisée.

Si l'EDE est inférieure à  $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ , les dislocations partielles, issues de la dissociation de dislocations parfaites, se déplacent dans les plans denses en formant de nombreuses fautes d'empilement. Ces dislocations sont dites sessiles, formant des verrous de Lomer-Cottrell lors de l'interaction entre deux dislocations partielles vis glissant initialement suivant deux plans cristallographiques différents. Elles sont moins mobiles que les dislocations parfaites ce qui génère un potentiel d'écrouissage plus important. La déformation est fortement localisée.

### 2.2.3.2. Maclage

Le maclage est un mécanisme de cisaillement volumique fini généré par des réorganisations atomiques (Figure 2-5). Une macle peut aussi se former par superposition de fautes d'empilement (François 1991). Les réseaux de deux cristaux maclés sont l'image l'un de l'autre par rapport à un plan miroir, appelé plan de composition, de façon à ce qu'un réseau de maille multiple soit commun aux deux réseaux (Philibert 1998). Le maclage peut se produire sous l'effet de la température (macles de recuit) ou sous l'action d'une contrainte : ce mode de déformation dit maclage mécanique concurrence le glissement des dislocations. Toutefois, la quantité de déformation plastique est limitée à la quantité de cisaillement produit par le volume maclé. La déformation plastique par maclage survient principalement aux valeurs moyennes de l'EDE (18 à  $45 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) et elle se produit, pour les aciers inoxydables austénitiques, d'autant plus facilement que la température est basse et / ou la vitesse de déformation élevée.

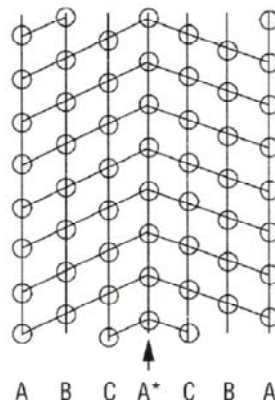


Figure 2-5 : Macle dans la structure CFC (A\*) (Béranger 1994)

## 2.3. Corrosion sous contrainte

### 2.3.1. Retour d'expérience

Comme nous venons de le voir, les aciers inoxydables austénitiques sont largement employés dans le circuit primaire des REP du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée en milieu primaire dans une large gamme de température. La majorité des cas de fissuration par CSC observés sur les aciers inoxydables est imputable à la teneur en éléments polluants hors spécifications en particulier dans des zones stagnantes (joints Canopy, zones confinées, bras morts...). Ilevbare (Ilevbare 2010) estime que plus de 80% des cas de fissuration rapportés sont associés à l'irradiation ou à la présence de pollution. Les expertises révèlent que les pollutions les plus couramment observées après fissuration sont des espèces anioniques comme les chlorures ou les sulfates. La présence d'oxygène est également vraisemblable dans le cas des zones stagnantes. Ilevbare observe que les fissures de CSC attribuées à la présence d'espèces polluantes sont majoritairement intragranulaires.

Toutefois un nombre limité de cas de fissuration par CSC a été rapporté en l'absence de pollution du milieu primaire sur des aciers inoxydables austénitiques écrouis et non sensibilisés. La dureté est alors très élevée avec des valeurs supérieures à 300 HV. La CSC des aciers inoxydables austénitiques non sensibilisés est associée à la présence de contraintes résiduelles. La morphologie des fissures de CSC est alors intergranulaire ou mixte tout en restant majoritairement intergranulaire. Les composants affectés sont, par exemple, les cannes chauffantes de pressuriseur, les épingles de thermocouples, les tubes d'échangeur RCV, les piquages de pressuriseur...

Des essais de CSC ont alors été menés en laboratoire pour déterminer les seuils d'écrouissage nécessaires pour amorcer et faire propager des fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques. Il s'agit de comprendre les effets de la pré-déformation sur la cinétique de propagation des fissures de CSC, de caractériser les sites d'amorçage (intragranulaire ou intergranulaire) ainsi que leur évolution au sein de la microstructure.

### 2.3.2. Définition de la CSC

#### 2.3.2.1. La CSC : un mode de corrosion localisée

La corrosion sous contrainte est un mode de corrosion assistée par l'environnement qui conduit macroscopiquement à la rupture fragile de matériaux ductiles sous l'effet conjoint de la contrainte et du milieu. Ces trois paramètres (matériau, environnement, contrainte) doivent donc être réunis afin que la fissuration par CSC soit possible. La Figure 2-6 est classiquement utilisée pour représenter l'espace de sensibilité à la CSC.

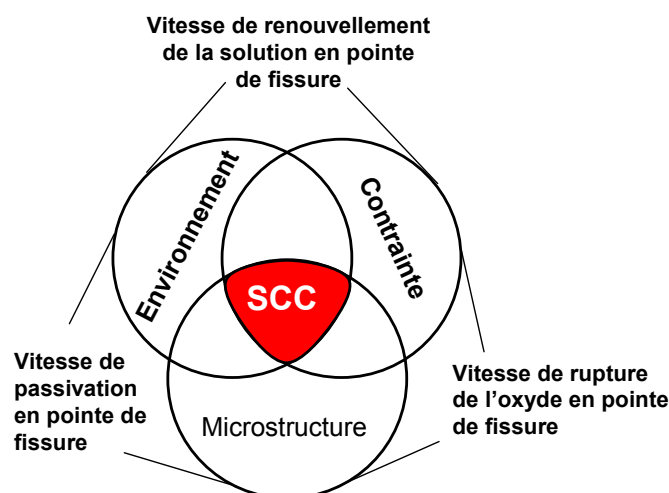


Figure 2-6 : Diagramme de Venn (Andresen 2001a)

La fissuration par CSC peut être majoritairement intergranulaire ou intragranulaire selon que la fissure suit ou non les joints de grains (Figure 2-7). La majorité des cas de fissuration par CSC rapportés sur site est de type intergranulaire pour les aciers inoxydables en milieu primaire nominal.

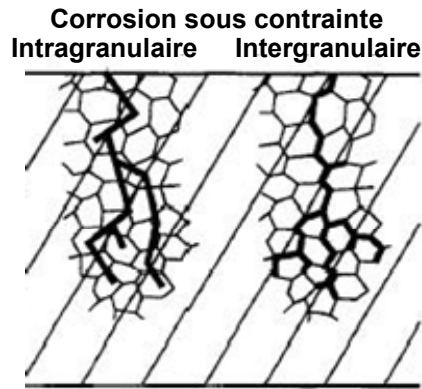


Figure 2-7 : Morphologie des fissures de CSC (Staehele 1995)

### 2.3.2.2. Etapes de la CSC

La CSC est communément décrite comme un mécanisme en deux étapes : une étape d'amorçage suivie d'une étape de propagation rapide des fissures. La transition entre amorçage et propagation peut être reliée à une profondeur de défaut critique en lien avec la microstructure, un gradient d'écrouissage, ou encore à une valeur critique du facteur d'intensité des contraintes  $K_{ISCC}$ . Staehele (Staehele 2009) propose une description plus détaillée de la CSC (Figure 2-8) :

- Réunion des conditions initiales résultant de l'état de surface avant exposition au milieu, par exemple, émergence de bandes de glissement ou joints de grains. L'état de surface est supposé déterminer la probabilité de l'occurrence des fissures de CSC observées ultérieurement. Ce n'est pas une étape de la CSC proprement dite.
- Mise en place des précurseurs : à ce stade il n'y pas de pénétration d'oxyde, ce n'est pas une étape de la CSC proprement dite.
- Incubation : la pénétration d'oxyde est négligeable par rapport à la sensibilité des moyens de détection. L'incubation est vraisemblablement de nature électrochimique. Elle pourrait correspondre à la durée nécessaire à l'établissement de modifications de composition des films passifs. On estime à 100 h la durée d'incubation pour l'alliage 600 en milieu primaire de REP (Boursier 1995).
- Propagation lente : les fissures favorablement orientées se propagent et coalescent jusqu'à atteindre  $K_{ISCC}$ .
- Propagation rapide : la fissure se propage rapidement dès que la valeur du facteur d'intensité des contraintes d'une fissure devient supérieure à  $K_{ISCC}$ .

L'existence d'un  $K_{ISCC}$  ne fait toutefois pas l'objet d'un consensus : Andresen (Andresen 2005a) soutient l'absence de valeur seuil du facteur d'intensité de contraintes, sur la base d'essais de propagation à  $K$  décroissant sur les alliages de nickel en milieu primaire. Il observe que la fissure continue de se propager. Enfin, on notera que la description proposée par Staehele présuppose un mécanisme avec pénétrations d'oxyde.

La difficulté des études sur l'amorçage réside dans la définition même du concept d'amorçage. Trois grandes familles de définition peuvent être envisagées selon le contexte de l'étude : l'amorçage vrai, l'amorçage expérimental et la détection de fissures sur site.

L'amorçage vrai correspond à l'apparition du plus petit défaut (fissures ou pénétrations d'oxyde) observable. La définition de l'amorçage vrai est donc tributaire des limites de résolution des moyens de détection mis en œuvre. Dans le cadre d'une étude de laboratoire, on pourra considérer que l'amorçage est avéré à partir d'une profondeur d'un micromètre, aisément observable sur coupe en microscopie optique ou électronique.

L'expression «amorçage expérimental» recouvre les étapes d'amorçage vrai et de propagation lente. La notion d'amorçage expérimental est un artifice de laboratoire qui se justifie par le changement de vitesse de propagation et la brièveté de la phase de propagation rapide. L'amorçage expérimental est associé à une taille de défaut critique dont l'ordre de grandeur est 50  $\mu\text{m}$ . Suivant les matériaux étudiés et les états d'écrouissage associés, la taille du défaut critique varie dans la littérature entre 18  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  (Lohro 2012 : alliage 600), (Couvant 2004a : acier 304L), (Boursier 1995 : alliage 600).

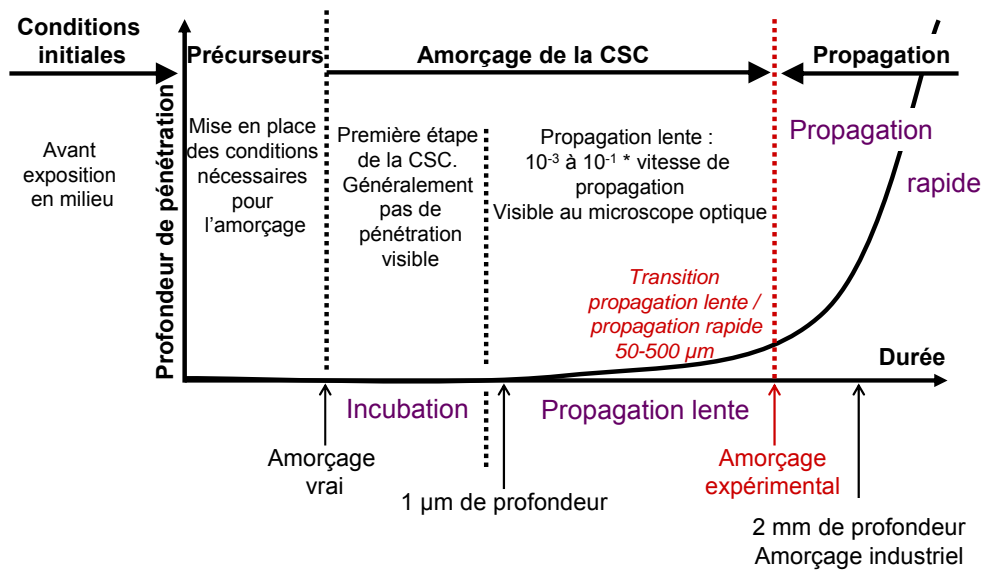


Figure 2-8 : Les étapes de la CSC (Staehele 2008)

Le critère d'amorçage industriel utilisé sur site est en réalité un critère de détection de fissures : une fissure peut être repérée à partir d'une profondeur de l'ordre du millimètre. La valeur de 2 mm est couramment retenue.

L'augmentation de la vitesse de propagation entre propagation lente et propagation rapide a été observée expérimentalement par Vaillant et Boursier (Boursier 1995) pour une profondeur de fissure de 100 µm pour l'alliage 600 en milieu primaire (Figure 2-9) et vérifiée par Thierry Couvant (Couvant 2004a) avec des essais de traction lente pour une profondeur de 50 µm pour un acier inoxydable austénitique de type 304L.

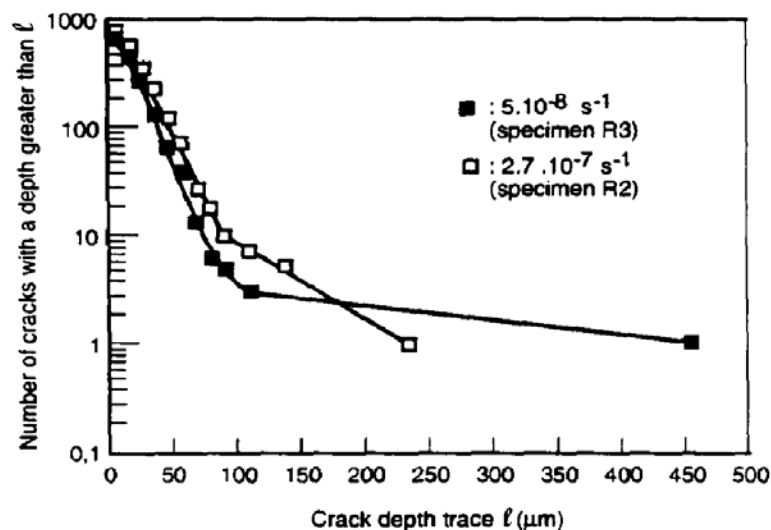


Figure 2-9 : Transition entre propagation lente et propagation rapide pour une profondeur de fissure de 100 µm sur l'alliage 600 en milieu primaire. Exploitation des traces de fissures sur coupe axiale d'une éprouvette après essai de traction lente à 360°C (Boursier 1995)

Il a été vérifié (Couvant 2004a) que la profondeur de fissure lors de la transition propagation lente / propagation rapide est comparable à la taille de grains des microstructures étudiées dans le cas des aciers inoxydables 304L. Or, peu de données sont actuellement disponibles dans la littérature sur les aciers inoxydables. Il faut donc se référer au cas de l'alliage 600 pour interpréter cette transition.

La transition propagation lente / propagation rapide peut être reliée à :

- la coalescence des fissures (Scott 2008),
- une barrière microstructurale (taille de grains, gradient d'écoulement),
- l'obtention de  $K_{ISCC}$ , éventuellement en relation avec la coalescence des fissures (Vaillant 2002).



Le critère de 50  $\mu\text{m}$  a pu un temps être retenu pour définir l'amorçage dans le cas des aciers inoxydables (Couvant 2004a), ce qui renforce l'hypothèse d'une barrière microstructurale. Cependant, des résultats récents sur l'alliage 600 tendent à montrer que la taille du défaut critique diminue avec l'écroutissage du matériau (Lohro 2012). De plus, si on admet que la profondeur critique est liée à la taille de grains du matériau, il faut s'attendre à ce que cette profondeur critique dépende du traitement thermique d'austénitisation (température / durée) ainsi que de la composition chimique exacte (via le phénomène dit de Zener Drag qui contrôle la cinétique de recristallisation).

Le temps d'amorçage expérimental  $T_i$  est défini par la relation 2-2 :

$$a_c = \int_0^{T_i} \left( \frac{da}{dt} \right) \cdot dt \quad 2-2$$

avec  $a_c$  la profondeur de fissure critique pour laquelle se produit la transition entre propagation lente et propagation rapide et  $da/dt$  la vitesse de propagation lente.

Dans cette étude, les étapes d'incubation et de propagation lente sont réunies sous le nom d'amorçage expérimental et sont ainsi distinguées de la phase de propagation rapide. En effet, amorçage et propagation diffèrent par les mécanismes mis en jeu tant du point de vue de la chimie que de la mécanique (Tableau 2-3). L'amorçage est piloté par la chimie en surface (avec un rôle important de l'état de surface) tandis que la propagation est contrôlée par la chimie en pointe de fissure. L'étape de propagation lente peut durer entre une centaine et plusieurs milliers d'heures suivant le niveau de contrainte appliqué au matériau. La cinétique de propagation lente dépend de la déformation du matériau. Durant l'étape de propagation rapide, la cinétique de propagation augmente au moins d'un facteur 10. Durant cette étape, la fissuration est contrôlée par la vitesse de déformation en pointe de fissure.

**Tableau 2-3 : Différences entre les mécanismes pilotant l'amorçage (incubation et propagation lente) et la propagation rapide**

	<i>Amorçage</i>	<i>Propagation</i>
<b>Chimie</b>	En surface	En pointe de fissure
<b>Mécanique</b>	Déformation	Vitesse de déformation en pointe de fissure
<b>Durée</b>	Longue	Courte
<b>Cinétique</b>	Lente	Rapide (10 fois plus élevée au minimum)

Dans la suite de cette étude expérimentale, on considèrera l'amorçage comme étant avéré lorsqu'un défaut se sera suffisamment propagé pour l'identifier de façon fiable (profondeur sur coupe supérieure à 1  $\mu\text{m}$ ) sans toutefois atteindre la profondeur critique au-delà de laquelle le mode de propagation rapide est activé. Nous nous intéresserons également à cette profondeur critique, car la durée nécessaire pour l'atteindre représente l'essentiel du temps à rupture d'une éprouvette ou d'un composant.

### 2.3.3. Mécanismes de CSC

Un grand nombre de modèles a été proposé pour décrire les mécanismes mis en jeu lors de la fissuration par CSC : des modèles reposant principalement sur la rupture du film d'oxyde, des modèles basés sur la fragilisation par l'hydrogène et des modèles basés sur un couplage entre l'environnement et la plasticité. Il semble vraisemblable que seuls les modèles basés sur le couplage corrosion / mécanique puissent rendre compte de la CSC des aciers inoxydables en milieu primaire.

#### 2.3.3.1. Compétition dissolution / passivation

La plus ancienne proposition de modèle pour décrire la CSC repose sur la compétition entre dissolution et passivation du métal après rupture locale du film passif. Les différents modèles construits autour de cette idée permettent d'évaluer la cinétique de propagation à partir de la vitesse de déformation en pointe de fissure et de la vitesse de repassivation. La vitesse de propagation est générée par :

- la vitesse de fluage ou une vitesse de déformation en pointe de fissure sous charge externe (Ford 1984).
- l'avancée de la fissure à travers une zone plastique (Shoji 1992).

### 2.3.3.1.1. Modèle de Ford

Le modèle dit de «glissement / dissolution» a d'abord été proposé par Logan (Logan 1952) puis développé par Ford (Ford 1984) et plus récemment par Newman (Newman 1994). Il est basé sur la compétition entre vitesse de déformation en pointe de fissure et vitesse de repassivation. C'est un modèle quantitatif de propagation. La vitesse de propagation des fissures est contrôlée par la succession suivante d'événements (Figure 2-10) :

- rupture locale de la couche passive lorsque la déformation plastique du métal sous-jacent devient supérieure à la valeur de déformation à rupture de l'oxyde,
- dissolution anodique du métal mis à nu en pointe de fissure,
- re-passivation en pointe de fissure.

Par conséquent, la vitesse de propagation des fissures dépend de la vitesse de déformation en pointe de fissure  $\dot{\epsilon}_{CT}$  qui contrôle la fréquence de rupture du film et la quantité de métal dissous.

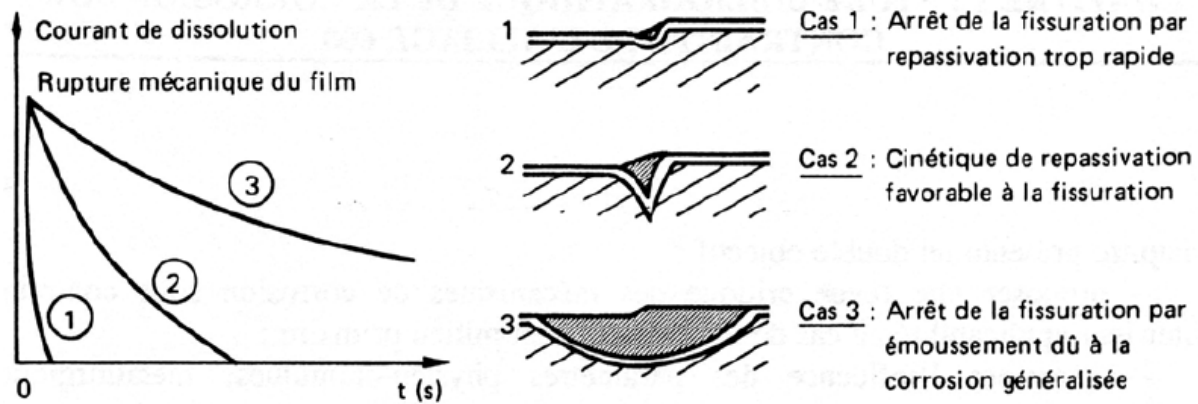


Figure 2-10 : Compétition entre vitesse de déformation en pointe de fissure et vitesse de passivation (Staehle 1971)

En utilisant la loi de Faraday, la vitesse de propagation des fissures est exprimée en fonction de la densité de charges échangées entre les phases de dép passivation et de repassivation ainsi que de la vitesse de déformation en pointe de fissure :

$$\bar{V} = \frac{MQ_f}{z\rho F t_f} = \frac{MQ_f \dot{\epsilon}_{CT}}{z\rho F \epsilon_t} \quad 2-3$$

où  $\bar{V}$  est la vitesse moyenne de propagation des fissures,  $M$  est la masse atomique du métal dissous en pointe de fissure,  $Q_f$  est la charge échangée pendant une période  $t_f$  de rupture de passivité,  $\rho$  est la densité du métal en pointe de fissure,  $z$  est le nombre total d'électrons mis en jeu dans la réaction d'oxydation,  $F$  est la constante de Faraday et  $\epsilon_t$  est la déformation à rupture de l'oxyde. La décroissance de l'intensité du courant de repassivation est souvent décrite par une loi puissance en fonction du temps :

$$i(t) = i_0 \left( \frac{t}{t_0} \right)^{-m} \quad 2-4$$

où  $i_0$  est l'intensité initiale du courant de dissolution du métal mis à nu,  $t_0$  est la durée nécessaire pour repasser la surface dénudée et  $m$  est un exposant qui rend compte de la vitesse de la réaction d'oxydation en pointe de fissure. En combinant les deux équations précédentes, on obtient :



$$\bar{V} = \frac{Mi_0 t_0^m}{z\rho F(1-m)\varepsilon_f^m} \dot{\varepsilon}_{CT}^m = A(m) \cdot (\dot{\varepsilon}_{CT})^m$$

2-5

Ce modèle fournit des résultats cohérents pour les aciers inoxydables en milieu REB. Toutefois, l'utilisation de ce modèle est fortement remise en question pour les aciers inoxydables en milieu primaire de REP. En effet il n'explique pas pourquoi les fissures sont intergranulaires et non intragranulaires. De plus, la fissuration des aciers inoxydables est accélérée sous potentiel cathodique (Figure 2-11) alors que, dans ces conditions, la vitesse de dissolution est diminuée (Andresen 2003). C'est également vrai pour les alliages base nickel.

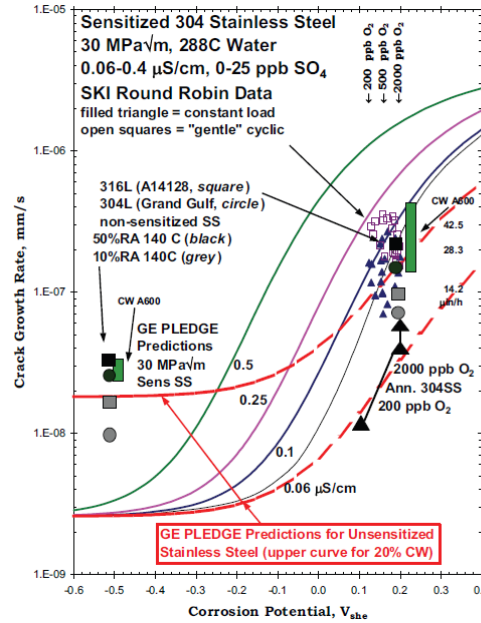


Figure 2-11 : Effet du potentiel de corrosion sur la vitesse de propagation des fissures de CSC (Andresen 2003)

De plus, le modèle n'explique pas les effets importants de la teneur en hydrogène et de la température (Totsuka 2005) pour les alliages à base nickel en milieu primaire de REP. On notera toutefois que l'effet de l'hydrogène est faible pour les aciers inoxydables en milieu primaire de REP et que la température a peu d'effet dans la gamme considérée (Arioka 2003), (Guerre 2007). Enfin, ce modèle est exclusivement un modèle de propagation qui ne rend aucunement compte de l'amorçage des fissures.

Le modèle de Ford, en l'état actuel, ne rend pas compte du comportement vis-à-vis de la corrosion sous contrainte en milieu primaire de REP. L'idée d'une continuité de mécanisme lorsque le potentiel diminue est controversée car l'augmentation de la vitesse de propagation en milieu type REP n'est pas décrite par ces modèles.

### 2.3.3.1.2. Modèle de Shoji

Le modèle de Shoji (Shoji 1992) est un modèle quantitatif de propagation de fissures de CSC dérivé du modèle de Ford. Le calcul de la vitesse de propagation des fissures de CSC est basé sur l'équation de Gao (Gao 1982) qui donne la vitesse de déformation en pointe de fissure. Pour les matériaux écrouissables, le profil de déformation en avant de la pointe de fissure en conditions de déformations planes suit l'équation :

$$\varepsilon_p = \beta \frac{\sigma_y}{E} \left[ \ln \left( \frac{R_p}{r} \right) \right]^{\frac{n}{n-1}} \quad \text{avec} \quad R_p = \lambda \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2$$

2-6

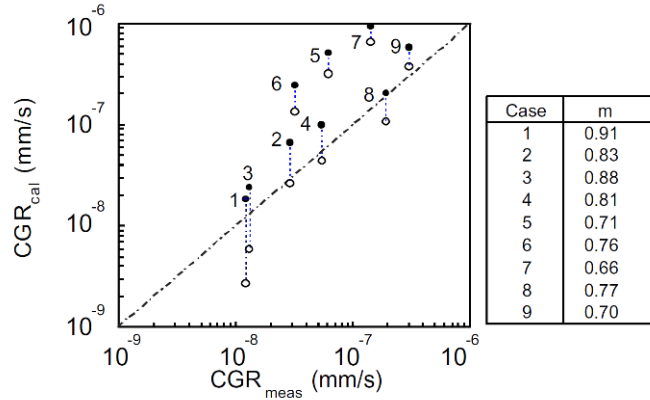
où  $\beta$  est une constante sans dimension,  $\sigma_y$  est la limite d'écoulement du matériau,  $E$  est le module d'Young du matériau,  $R_p$  est le rayon de la zone plastique,  $r$  est la distance à la pointe de fissure et  $n$  est le coefficient d'écrouissage du matériau étudié.  $\lambda$  est une constante sans dimension et  $K$  est le facteur d'intensité des contraintes appliqué à la structure fissurée.

Shoji suppose que la fissure progresse à vitesse constante sous un chargement quasi-constant. La vitesse de déformation en pointe de fissure est alors obtenue en dérivant par rapport au temps l'équation de Gao. En introduisant le résultat dans la formule de Ford, on accède à la vitesse de propagation  $da/dt$  des fissures de CSC :

$$\dot{\varepsilon}_{CT} = \frac{\beta \sigma_y n}{E(n-1)} \left( 2 \frac{\dot{K}}{K} + \frac{\dot{a}}{r_0} \right) \left\{ \ln \left[ \frac{\lambda}{r_0} \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \right] \right\}^{\frac{1}{n-1}} \quad 2-7$$

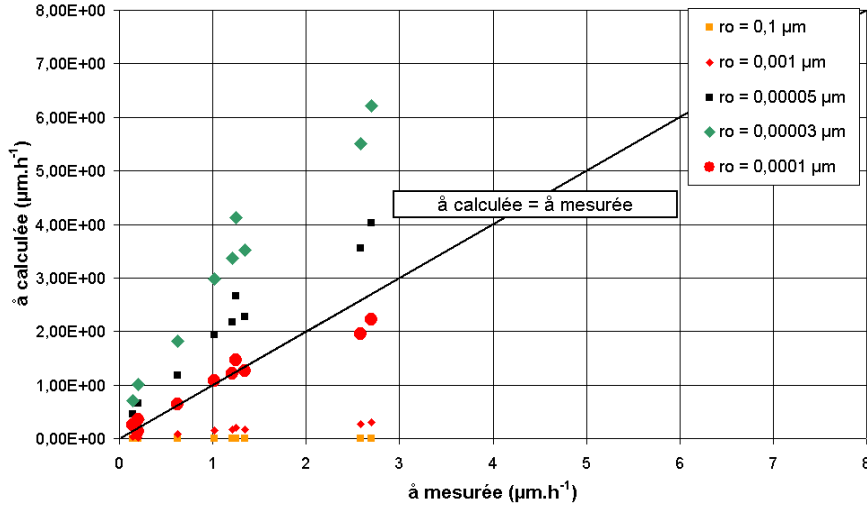
$$\dot{a} = \frac{Mi_0}{z\rho F(1-m)} \left( \frac{t_0}{\varepsilon_f} \right)^m \times \left\langle \frac{\beta \sigma_y n}{E(n-1)} \left( 2 \frac{\dot{K}}{K} + \frac{\dot{a}}{r_0} \right) \left\{ \ln \left[ \frac{\lambda}{r_0} \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \right] \right\}^{\frac{1}{n-1}} \right\rangle^m \quad 2-8$$

Le modèle de Shoji, tout comme le modèle de Ford, est un modèle de propagation basé sur un mécanisme cyclique de glissement / dissolution / passivation qui contrôle l'avancée des fissures de CSC. Le modèle de Shoji a été appliqué avec succès aux aciers inoxydables sensibilisés de type 304 en milieu REB (Peng 2004). Une valeur raisonnable de la distance au fond d'entaille  $r_0$  (de l'ordre de quelques micromètres), permet de retrouver les vitesses de propagation déterminées expérimentalement (Figure 2-12).



**Figure 2-12 : Vitesses de propagation des fissures de CSC mesurées et calculées pour les aciers inoxydables sensibilisés de type 304 en milieu REB. Application du modèle de Shoji avec  $r_0 = 2,5$  ou  $3 \mu\text{m}$  (Peng 2004) - Cercles pleins,  $r_0=2,5 \mu\text{m}$  - Cercles vides  $r_0 = 3 \mu\text{m}$**

En milieu REP, Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) estime la valeur de  $r_0$  nécessaire pour retrouver les cinétiques de propagation expérimentales à  $10^{-4} \mu\text{m}$  (Figure 2-13). Or le champ de contrainte utilisé n'est pas valable à proximité de la pointe de fissure car il ne décrit pas l'émoussement en pointe de fissure. Elle évalue en outre la vitesse de déformation correspondante à  $100 \text{ s}^{-1}$ . Le modèle de Shoji dans sa version originale, semble donc s'appliquer avec succès aux aciers inoxydables austénitiques en milieu REB. Par contre, il ne donne pas satisfaction en milieu primaire de REP.



**Figure 2-13 : Vitesses de propagation des fissures de CSC mesurées et calculées pour un acier 304L soumis à un chargement trapèze en milieu primaire à 360°C. Application du modèle de Shoji pour différentes valeurs de  $r_0$  (Tribouilloy 2007a)**

Shoji (Shoji 1992) propose une première amélioration de son modèle en 1992 en distinguant 4 mécanismes susceptibles de contrôler la vitesse de déformation en pointe de fissure :

- (a) le chargement mécanique ( $d\varepsilon_{m1}/dt$ )
- (b) la propagation des fissures par endommagement mécanique ( $d\varepsilon_{m2}/dt$ )
- (c) la propagation des fissures par dissolution ( $d\varepsilon_d/dt$ )
- (d) le fluage ( $d\varepsilon_c/dt$ )

$$\frac{d\varepsilon_{CT}}{dt} = A \times \left( \frac{da}{dt} \right)^m \quad 2-9$$

où A et m sont des constantes et où la déformation en pointe de fissure  $\varepsilon_{CT}$  est la somme des déformations associées aux quatre mécanismes cités ci-dessus. La contribution des différentes sources de déformation peut varier suivant le mode de chargement utilisé. Si on attribue le même poids à chaque contribution à la déformation, nous obtenons :

$$\varepsilon_{CT} = \varepsilon_{m1} + \varepsilon_{m2} + \varepsilon_d + \varepsilon_c \quad 2-10$$

En 2010, Shoji (Shoji 2010) propose une nouvelle amélioration de son modèle en précisant l'expression de la charge échangée pendant la période entre dépassivation et repassivation et en intégrant de nouvelles équations fondamentales décrivant la vitesse de déformation en pointe de fissure. La densité de charge électrique échangée pendant la rupture périodique du film passif est la somme des contributions suivantes :

$$Q_f = Q_I^* + Q_{II}^* + Q_{III}^* \quad 2-11$$

où  $Q_I^*$  est la charge assistée par la contrainte ou la déformation pendant l'oxydation rapide et régulière du métal dénudé,  $Q_{II}^*$  est la charge échangée durant la repassivation du métal retardée par la contrainte / la déformation,  $Q_{III}^*$  est la charge échangée pendant l'état stationnaire de passivation assistée par la contrainte / la déformation.

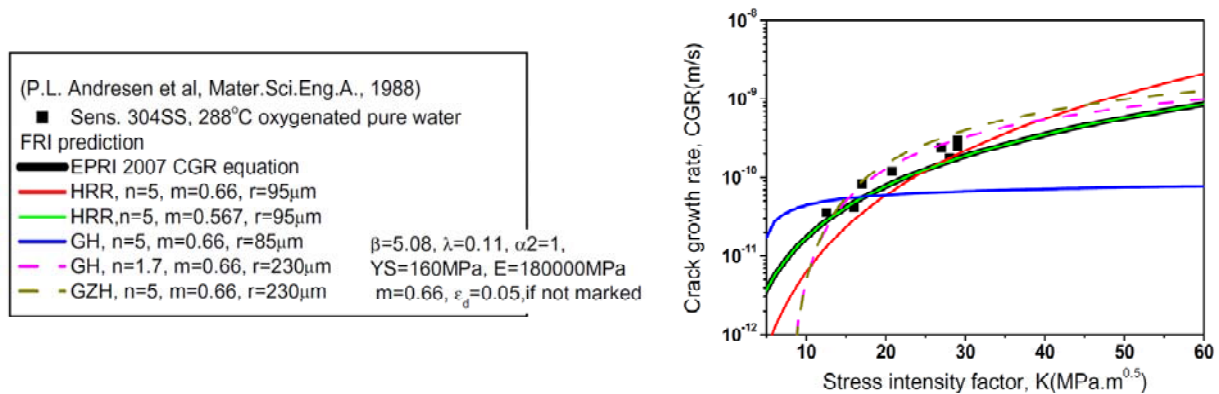
La capacité d'un matériau à être écroui a un impact significatif sur la vitesse de déformation en pointe de fissure. Trois équations peuvent être envisagées pour calculer la déformation plastique à proximité de la pointe de fissure selon le mode de chargement :

- L'équation HRR (Hutchinson-Rice-Rosengren) est utilisée en mécanique de la rupture pour les fissures statiques dans le cas des matériaux à écrouissage soumis à un chargement de mode I. Le coefficient d'écrouissage  $\eta_{RO}$  provient de la loi de Ramberg-Osgood.
- L'équation G-H (Gao-Hwang) est recommandée pour approximer en conditions de déformation plane la propagation lente d'une fissure de CSC à celle d'une fissure quasi-statique de mode II.

- L'équation GZH (Gao-Zhang-Hwang) a été développée pour les matériaux à écrouissage soumis à un chargement de mode III.

La déformation en pointe de fissure est ensuite dérivée par rapport au temps en utilisant la théorie du gradient de déformation en pointe de fissure et en posant l'hypothèse de la redistribution des déformations à chaque avancée de fissure. En utilisant la nouvelle expression de la vitesse de déformation en pointe de fissure dans le modèle de Ford, on obtient la modélisation de la vitesse de propagation des fissures de CSC.

Shoji (Shoji 2010) reproduit avec les améliorations de 2010 les données expérimentales obtenues pour des aciers sensibilisés de type 304 exposés au milieu REB, avec cette fois-ci des valeurs de  $r_0$  de l'ordre de la centaine de microns (Figure 2-14).



**Figure 2-14 : Comparaison des données expérimentales et des vitesses de propagation calculées avec le modèle de Shoji pour un acier 304 sensibilisé en milieu REB à 288°C, (Shoji 2010).  $n$  est le coefficient d'écrouissage et  $r$  la distance caractéristique ( $r_0$  dans le texte)**

Les améliorations apportées par Shoji après 1992 visent à mieux décrire la vitesse de déformation en pointe de fissure, soit en considérant les diverses contributions mécaniques envisageables, soit en choisissant l'équation la plus adaptée au mode de propagation des fissures. La base du modèle n'est pas modifiée. Le modèle de Shoji est capable de rendre compte des résultats expérimentaux obtenus sur les aciers inoxydables austénitiques en milieu REB. Les modèles basés sur le cycle glissement / dissolution / passivation ne semblent toutefois pas rendre compte des mécanismes de la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP (Tribouilloy 2007a).

### 2.3.3.2. Mécanismes basés sur la fragilisation par l'hydrogène

#### 2.3.3.2.1. L'hydrogène en solution solide d'insertion et la fragilisation par l'hydrogène

Les mécanismes basés sur l'action de l'hydrogène reposent sur la diffusion d'hydrogène dans le réseau cristallin sous ses formes  $H^+$  en milieu acide et  $H$  monoatomique en milieu basique. L'hydrogène est un atome de faible rayon atomique ce qui lui permet d'entrer facilement en solution solide d'insertion dans les aciers. Dans le cas des structures CFC, l'hydrogène interstitiel occupe préférentiellement les nombreux sites octaédriques de la structure. La mobilité de l'hydrogène est donc élevée dans les aciers, y compris à température ambiante (Brass 2000). L'orbitale 1s de l'hydrogène interagit facilement avec les bandes électroniques du Fe, ce qui diminue les niveaux d'énergie. Cette propriété électronique favorise la diminution des forces de cohésion. Enfin, la taille de l'hydrogène est petite mais son volume molaire est élevé (Brass 2000), ce qui tend à générer des distorsions du réseau cristallin. De ce fait, l'hydrogène diffuse vers les zones où le champ des contraintes hydrostatiques crée une dilatation du réseau.

Les faciès de rupture caractéristiques de la fragilisation par l'hydrogène présentent soit des languettes et des rivières caractéristiques d'une rupture par clivage soit une morphologie intergranulaire.

Les mécanismes de fragilisation par hydrogène reposent sur trois principaux paramètres que sont le piégeage de l'hydrogène dans la structure, le champ des contraintes et, pour les modèles les plus récents, la déformation plastique.

#### 2.3.3.2.2. Action fragilisante de l'hydrogène

Le premier modèle de fragilisation par l'hydrogène est proposé par Zapffe ([Zapffe 1941](#)). L'hydrogène moléculaire est adsorbé dans l'acier, diffuse dans le réseau cristallin puis est piégé dans des microcavités dans les joints de grains ou dans des microfissures. L'hydrogène s'accumule et se recombine en  $H_2$ . La pression de gaz augmente dans la cavité et diminue la valeur de la contrainte à rupture des joints de grains. Ce modèle nécessite une pression en dihydrogène élevée et une fugacité (*activité*) de l'hydrogène également élevée.

Le modèle dit d'adsorption ([Petch 1956](#)) repose sur l'hypothèse que l'adsorption d'hydrogène en avant de la pointe de fissure diminue l'énergie de surface. Or, le critère de Griffith relie la contrainte à rupture nécessaire pour propager une fissure pré-existante à la racine carrée de l'énergie de surface. Toutefois, ce modèle ne prend pas en compte la présence de la couche d'oxyde qui est susceptible de modifier l'adsorption de l'hydrogène.

Troiano ([Troiano 1960](#)) propose le gradient des contraintes hydrostatiques comme la force motrice qui gouverne la diffusion de l'hydrogène adsorbé. L'hydrogène diffuse donc vers les zones de forte triaxialité. Localement, la pression en hydrogène devient très supérieure à la pression moyenne dans le matériau. L'accumulation locale d'hydrogène diminue l'énergie de cohésion du réseau et donc la contrainte à rupture nécessaire pour propager une fissure est atteinte plus facilement. Oriani ([Oriani 1974](#)) propose, pour un acier 4340 (limite élastique supérieure à 1700 MPa à l'ambiante) une relation entre la pression seuil en hydrogène et  $K_{IC}$ , la valeur du facteur d'intensité des contraintes permettant l'avancée de la fissure. Toutefois, pour les matériaux ductiles tels que les aciers inoxydables, une relaxation des contraintes en pointe de fissures est attendue. De ce fait, la diffusion de l'hydrogène serait limitée en avant de la pointe de fissure.

Les modèles basés uniquement sur l'action de l'hydrogène paraissent peu vraisemblables pour décrire la CSC des aciers inoxydables en milieu primaire. En effet, la diffusivité de l'hydrogène est plutôt faible dans les structures CFC dans la gamme de température d'intérêt.

#### 2.3.3.2.3. Interactions hydrogène / plasticité

Il semble acquis que la présence d'hydrogène puisse modifier la plasticité des aciers. Selon les conditions expérimentales, il semble qu'un adoucissement (diminution de la limite d'écoulement) ou qu'un durcissement (blocage des dislocations) soit envisageable.

Bastien et Azou ([Brass 2000](#)) proposent ainsi le transport accéléré de l'hydrogène piégé dans le champ de contrainte des dislocations. L'accumulation d'hydrogène près des défauts où s'empilent les dislocations favoriserait l'amorçage et la propagation des fissures. Dans ce cas, il s'agit plus d'un mécanisme de piègeage de l'hydrogène que de CSC.

Birnbaum ([Birnbaum 1994](#)) décrit un adoucissement localisé provoqué par la présence d'hydrogène en avant de la pointe de fissure dans son modèle HELP (Hydrogène Enhanced Localised Plasticity). Des forces répulsives s'exercent entre deux dislocations de même signe et présentes dans le même plan de glissement. Birnbaum calcule cette force répulsive pour deux dislocations coin puis montre que sa valeur diminue si les deux dislocations sont entourées d'une atmosphère d'hydrogène. Il modélise l'effet de l'hydrogène par des lignes de dilatation parallèles aux lignes de glissement. Il démontre ainsi pour le niobium pur que la cisssion critique diminue en présence d'hydrogène. Il en conclut que l'hydrogène peut écranter les obstacles au mouvement des dislocations. La mobilité des dislocations est ainsi augmentée. L'hydrogène étant mobile et sensible au champ des contraintes hydrostatiques, les «atmosphères» d'hydrogène autour des dislocations se réorganisent continuellement.

Lynch ([Lynch 2007](#)) reprend en 2007 un modèle développé vingt ans auparavant et le rebaptise AIDE « Adsorption induced dislocation emission ». Dans ce modèle, Lynch suppose que l'hydrogène adsorbé facilite l'émission de dislocations en pointe de fissure en diminuant les forces de cohésion interatomiques. La fissure se propage par glissement des dislocations. La plasticité produit de microcavités par exemple lorsque des bandes de glissement se croisent. La fissure se propage par alternance par glissement des dislocations et coalescence des microcavités.

Magnin propose le modèle dit de «corrosion assistée par la plasticité » ou « CEPM » (Corrosion Enhanced Plasticity Model) comme mécanisme pour la corrosion sous contrainte intragranulaire de l'acier inoxydable austénitique 316L exposé au milieu  $MgCl_2$  à 153°C ([Magnin 1990](#)). Ce modèle repose sur les interactions corrosion-déformation en pointe de fissure : la dissolution anodique locale tout comme la pénétration locale d'hydrogène dans le matériau augmente la plasticité. Le mécanisme,

dans sa dernière version (Magnin 1996), est décrit en six étapes (Figure 2-15), comme suit :

- 1) L'émergence des bandes de glissement le long des plans {111} en pointe de fissure met très localement à nu le métal. La rupture de la couche passive entraîne la dissolution anodique du métal.
- 2) La dissolution anodique du métal produit des lacunes qui facilitent la montée des dislocations mobiles le long des bandes de glissement. Parallèlement, la concentration des contraintes en pointe de fissure génère des dislocations. L'hydrogène produit par la réaction cathodique est absorbé le long des bandes de glissement. Il diminue localement la contrainte de cisaillement critique.
- 3) Dans la zone en extrême pointe de fissure, les dislocations émises s'empilent sur les obstacles (précipités, joints de grains, arrangement des dislocations précédemment introduites lors de la mise en charge, limite entre zone adoucie et zone écrouie) et la concentration des contraintes augmente localement.
- 4) Une fois  $K_{IC}$  atteint, une fissure s'amorce sur l'obstacle. L'absorption d'hydrogène contribue à l'amorçage des fissures, dans la mesure où elle contribue à diminuer  $K_{IC}$ .
- 5) L'hydrogène absorbé favorise l'amorçage de microfissures par clivage sur les obstacles et sur les plans {111}.
- 6) Pour accommoder les contraintes en pointe de fissures, de nouvelles sources de dislocations sont activées et émettent des dislocations dans le plan symétrique. La nouvelle pointe de fissure est écrantée et le processus se répète, entraînant un chemin de fissuration en « zigzag ».

Le modèle de Magnin est un modèle très complet. La dissolution dans les bandes de glissement en fond de fissure crée un adoucissement de la surface qui interagit avec une zone écrouie sous la surface.

Le modèle de «Corrosion assistée par la plasticité» présente une forte composante mécanique, ce qui rend vraisemblable son application aux aciers inoxydables en milieu primaire de REP. Toutefois le clivage de l'austénite n'a pas été observé à 360°C et la transition fissuration intragranulaire – intergranulaire lors de la transition propagation lente / propagation rapide rapportée par Herms (Herms 2009a) pour les aciers inoxydables n'est pas expliquée. Par ailleurs, il faudrait que l'obstacle soit mobile (comme par exemple la frontière entre zone adoucie et zone écrouie).

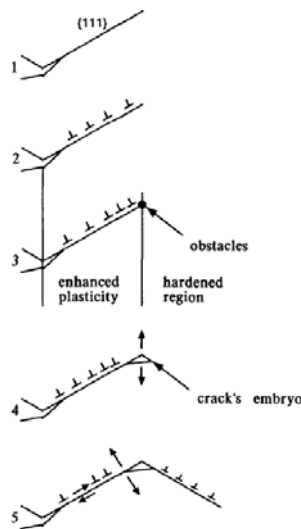


Figure 2-15 : Etapes successives du modèle CEPM (Magnin 1996)

### 2.3.3.3. Oxydation assistée par la localisation de la déformation

Couvant (Couvant 2007a) propose un autre mécanisme d'interaction plasticité / environnement sur la base d'observations de pénétrations d'oxyde pour les aciers 316L et 304L exposés au milieu primaire simulé à 360°C. Couvant observe expérimentalement des pénétrations d'oxyde préférentielles le long des bandes de glissement ou le long des joints de macles, ou encore le long des joints de grains en avant de la pointe de fissure. Couvant propose la localisation de la déformation comme moteur de l'oxydation en avant du front de fissure. La localisation de la déformation favorise soit l'oxydation intergranulaire soit l'oxydation intragranulaire conduisant respectivement à des pénétrations d'oxydes



intergranulaires ou intragranulaires en avant du front de fissure. Puis la rupture de l'oxyde survient, dans les zones où la contrainte augmente au-delà du critère de rupture de l'oxyde. A la différence du modèle «CEPM», l'accumulation de dislocations sur des obstacles n'est pas nécessaire.

Ce mécanisme a été développé à partir d'observations expérimentales sur les aciers inoxydables et les alliages de nickel. Il permet de considérer des fissures intergranulaires ou intragranulaires.

### 2.3.3.4. Oxydation sélective aux joints de grains

Le mécanisme d'oxydation sélective aux joints de grains dit mécanisme d'« oxydation interne » a été développé à partir de travaux décrivant la fragilisation par l'oxygène des alliages de nickel à haute température ( $T > 800^\circ\text{C}$ ) (Wood 1983). Scott (Scott 1993) propose en 1993 l'oxydation interne comme un mécanisme possible pour décrire la CSC intergranulaire de l'alliage 600, en extrapolant le domaine d'application aux températures intermédiaires. La fragilisation des joints de grains, par oxydation préférentielle du Cr, conduit à un amorçage de microfissures intergranulaires. La fissure ainsi amorcée se propage par alternance des phases d'oxydation / fragilisation des joints de grains et des phases d'avancée de fissure par rupture de l'oxyde (Figure 2-16). Des pénétrations d'oxyde aux joints de grains de l'alliage 600 exposé sans sollicitation mécanique au milieu primaire (Gourgues 1997), (Delabrouille 2004) ou en milieu hydrogéné (Gendron 1993) ont en effet été observées. Ces pénétrations sont d'autant plus nombreuses que le matériau est déformé plastiquement.

Enfin, ce modèle explique la moindre sensibilité à la CSC des alliages à forte teneur en Cr par la formation d'une couche d'oxyde protectrice riche en Cr et continue à la surface du métal.

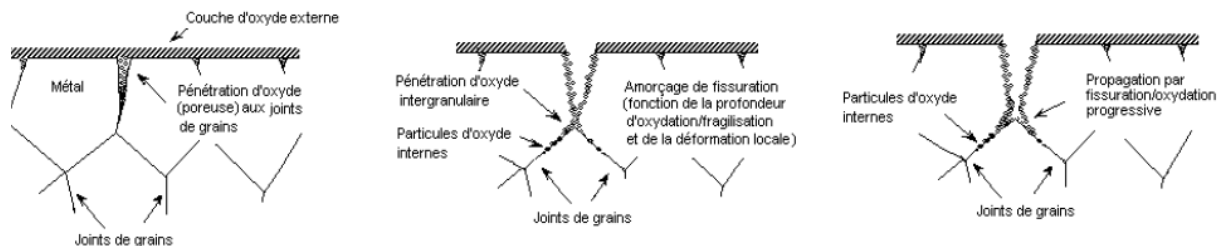


Figure 2-16 : Les étapes du modèle d'oxydation interne (Scott 1993)

Le mécanisme réel est vraisemblablement plus compliqué. Laghoutaris (Laghoutaris 2009) distingue deux sortes de fissures de CSC : des fissures qui se propagent et d'autres qui, après une phase de propagation, se sont arrêtées. Laghoutaris observe la présence d'une zone déchromée en avant de la pointe de fissures supposées se propager. Il propose que la déchromisation affecte alors le grain le plus déformé. A l'opposé, aucune zone déchromée n'a été observée en avant des fissures supposées ne pas propager. Les oxydes formés dans les fissures qui se propagent ou non sont également de nature différente. Un oxyde de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  a été observé uniquement en fond de fissures supposées se propager (Figure 2-17). Laghoutaris propose que la diffusion du Cr soit favorisée par les courts-circuits de diffusion de type dislocations et diffusion de lacunes. Le Cr diffuserait donc rapidement du cœur du matériau vers la pointe de fissure, permettant ainsi à l'oxyde de Cr de croître dans la fissure. La consommation de Cr lors de la croissance de l'oxyde est plus rapide que sa diffusion vers la pointe de fissure. La fragilisation du joint de grains résulterait soit de l'appauvrissement local en Cr de l'alliage, soit de la présence de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , sans que l'on puisse conclure en faveur de l'une ou l'autre des hypothèses. Dans ce modèle, la plasticité interviendrait donc sur la vitesse de propagation car elle favoriserait la diffusion du Cr.

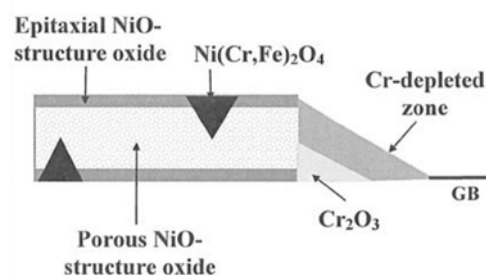


Figure 2-17 : Schéma d'une fissure principale de CSC - Alliage 600 MA - Milieu primaire de REP (Sennour 2009)

Le modèle d'oxydation sélective est développé pour les alliages base nickel pour lesquels la morphologie des fissures de CSC est intergranulaire. Dans le cas des aciers inoxydables, les fissures de CSC peuvent être intergranulaires, intragranulaires ou mixtes. Un modèle pertinent pour les aciers inoxydables devra donc rendre compte de la morphologie des fissures.

### 2.3.4. Application à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu REB

Le paragraphe précédent a présenté de façon succincte les mécanismes couramment utilisés pour décrire la corrosion sous contrainte en milieu REB et en milieu primaire de REP. Nous nous attacherons par la suite à présenter les principaux résultats illustrant les effets de différents paramètres en milieu REB. L'étude de la CSC en milieu REB a été abondamment documentée du fait du nombre de réacteurs en fonctionnement dans le monde.

Les aciers inoxydables austénitiques, sensibilisés ou non, sont sensibles à la corrosion sous contrainte intergranulaire (IGSCC) en milieu REB. En l'absence de polluants, la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC dépend de la teneur en oxygène du milieu, de la teneur en éléments d'alliage du matériau ainsi que de son écrouissage préalable, autrement dit, du potentiel du milieu, des possibilités de déchromisation aux joints de grains et de la densité de dislocations.

#### 2.3.4.1. Effet du milieu

Le milieu REB est simulé en laboratoire par une eau pure à 288°C. Le pH du milieu REB à 288°C est de 5,6, sa conductivité est de  $0,06 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Le potentiel du milieu REB est d'environ  $+150 \text{ mV}_{\text{ENH}}$  pour des teneurs en  $\text{O}_2$  voisines de 200 ppb.

Il a été montré, d'une part (Figure 2-18) que le potentiel de corrosion augmente avec la teneur en oxygène du milieu (Huijbregts 1986), et d'autre part, que la déformation nécessaire à l'amorçage diminue quand la teneur en oxygène augmente pour les aciers inoxydables sensibilisés (Tani 2001).

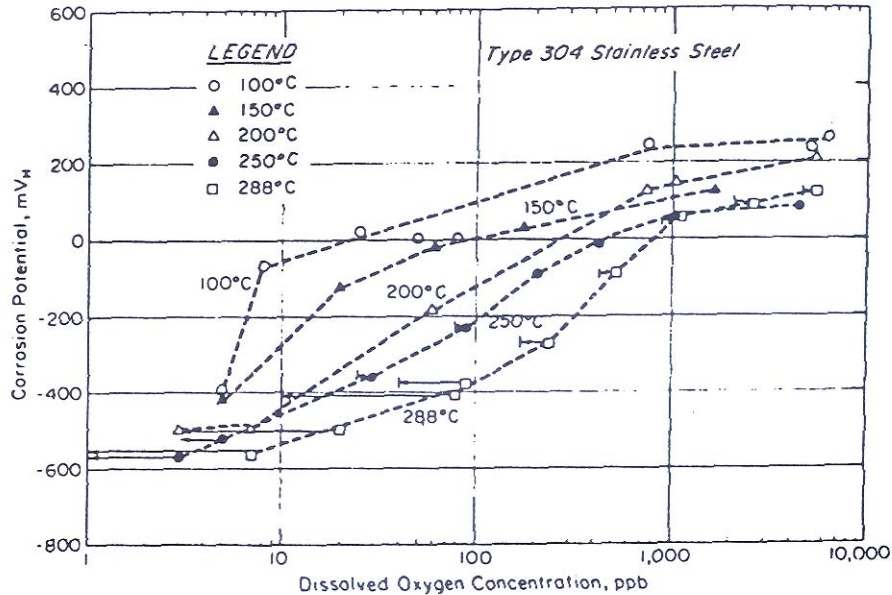


Figure 2-18 : Influence de la teneur en oxygène dissous sur le potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 304 (Huijbregts 1986)

Andresen (Andresen 2003) montre une augmentation d'un facteur 10 de la vitesse de propagation des fissures pour l'acier 304 non sensibilisé entre 200 ppb et 2000 ppb d'oxygène (100 mV<sub>SHE</sub> et 200 mV<sub>SHE</sub>) (Figure 2-11). Les données représentées pour quatre matériaux, un acier 304 sensibilisé, un alliage 600 écroui, deux aciers de type 304L et 316L écrouis selon diverses conditions, confirment que la vitesse de propagation diminue globalement quand le potentiel en milieu oxydant type REB diminue. Les données expérimentales en milieu réducteur de type REP montrent une augmentation



de la vitesse de propagation des fissures de CSC autour d'un potentiel de  $-500 \text{ mV}_{\text{SHE}}$ . Cependant, des données manquent pour valider l'allure de la courbe (modèle PLEDGE de General Electric).

Sur le graphique présenté Figure 2-11, on observe que l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC avec le potentiel en milieu oxydant type REB est plus importante pour les aciers non sensibilisés que pour les aciers sensibilisés. Toutefois, les vitesses de propagation sont globalement plus élevées pour les aciers sensibilisés que pour les aciers non sensibilisés avec un écart qui diminue rapidement avec l'augmentation du potentiel. On note également qu'à potentiel égal (200 mV), les vitesses de propagation des fissures de CSC des aciers non sensibilisés augmentent avec l'érouissage (0, 10 et 50% de réduction de section). Toujours à un potentiel de 200 mV, les vitesses de propagation des fissures de CSC dans les aciers 304L ou 316L non sensibilisés et érouis jusqu'à 50% de réduction de section sont équivalentes à celles mesurées dans un acier 304 sensibilisé. Les vitesses de propagation des fissures des aciers 304L, 316L érouis et de l'alliage 600 éroui sont comparables en milieu oxydant de type REB (potentiel de 200 mV). En milieu réducteur type milieu primaire de REP soit un potentiel de  $-500 \text{ mV}$ , les vitesses de propagation des fissures pour les trois matériaux sont plus faibles qu'à un potentiel de 200 mV mais restent comparables entre elles. Le modèle proposé par Andresen (PLEDGE) et représenté par des courbes calculées pour différentes valeurs de conductivité suppose une continuité de comportement lors du passage d'un milieu oxydant type REB à un milieu réducteur type REP, ce qui n'est pas établi au vu des données expérimentales.

Les données reportées dans la littérature concordent vers un effet néfaste de l'augmentation de la teneur en oxygène sur la résistance à la CSC en milieu REB. Cet effet néfaste de la teneur en oxygène se traduit par une diminution de l'érouissage nécessaire à l'amorçage et une augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC. De plus, cet effet se vérifie pour les principaux matériaux exposés au milieu REB : les aciers inoxydables sensibilisés ou non et les alliages base nickel.

## 2.3.4.2. Effet des paramètres « matériau »

### 2.3.4.2.1. Composition

#### Teneur en carbone

La composition chimique joue sur la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu oxydant par l'intermédiaire des éléments d'alliage, dont les teneurs favorisent ou préviennent la déchromisation aux joints de grains. Des teneurs élevées en carbone diminuent le temps à rupture en milieu REB des aciers inoxydables sensibilisés car le carbone précipite sous forme de carbures de chrome, entraînant un appauvrissement en chrome aux joints de grains (Figure 2-19). Les matériaux non sensibilisés (état hyperefféché) sont également sensibles à la CSC en milieu REB, mais dans une moindre mesure.

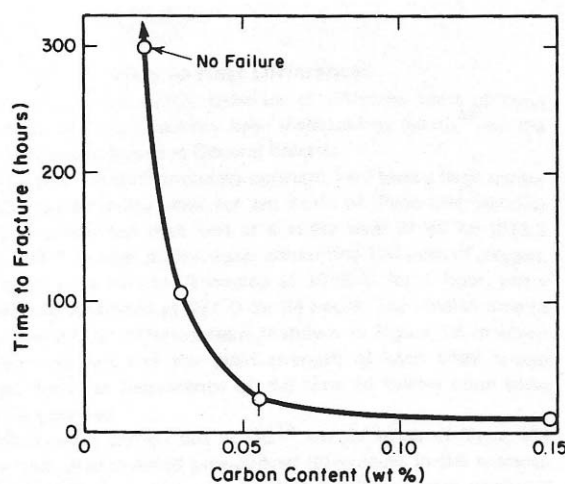


Figure 2-19 : Effet de la teneur en carbone sur le temps à rupture d'un acier austénitique sensibilisé (24 heures à  $595^{\circ}\text{C}$ ) sollicité sous charge constante,  $288^{\circ}\text{C}$ , eau pure contenant 100 ppm d'oxygène (Wilde 1969)

Silicium

Le silicium est présent en quantité non négligeable (0,5 à 0,9 % en masse) dans de nombreux aciers inoxydables. La teneur en Si est particulièrement importante pour les matériaux exposés à l'irradiation, car sous irradiation le silicium précipite sous forme de  $\text{SiO}_2$  quel que soit le potentiel.

Lu (Lu 2005) vérifie que le silicium est oxydé préférentiellement en avant du front de fissure dans le cas d'un acier 304L sensibilisé (0,69% massique de Si) soumis à un chargement à vitesse de déformation imposée ( $5,9 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ) en milieu REB fortement oxydant ( $288^\circ\text{C}$ ,  $> 20 \text{ ppm O}_2$ ).

Andresen (Andresen 2003) étudie l'effet du silicium présent en élément interstitiel. Il utilise, à des fins exploratoires, des aciers inoxydables écrouis à teneur élevée en Si. Un acier à 5% massique de silicium, choisi pour modéliser la composition chimique d'un joint de grains fortement irradié, fissure presque 10 fois plus vite qu'un acier inoxydable classique de même limite d'écoulement (0,5 % à 0,9 % mass. de silicium). Andresen observe également que la vitesse de propagation pour cet acier à 5% mass. en Si, est inchangée lorsque le potentiel chute de 200 mV à -600 mV. De plus, lorsqu'une trajectoire à K décroissant (de  $27 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  à  $14 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ) est appliquée, la vitesse de propagation n'est pas significativement modifiée. Des essais similaires réalisés sur des aciers à teneurs inférieures en Si (3% et 1,5%) révèlent que la vitesse de propagation sous haut potentiel est inchangée après diminution de la teneur en Si. Par contre à bas potentiel, la diminution de la vitesse de propagation est d'autant plus grande que la teneur en Si est faible. Toutefois, ces essais sont réalisés sur des matériaux homogènes, sans mesure de la teneur en Si aux joints de grains. L'augmentation de la teneur en Si des joints de grains sous irradiation est un phénomène local. Une forte teneur en Si dans le matériau modifie les propriétés mécaniques à cœur, ce qui peut affecter la sensibilité à la CSC comme le montrent les études sur l'écrouissage, qui seront présentées ci-dessous.

Molybdène

D'après (Andresen 2003), l'ajout de molybdène pourrait diminuer la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en limitant la déchromisation des joints de grains sous irradiation.

Le Tableau 2-4 résume les effets attendus des différents éléments d'alliage sur la sensibilité à la CSC. En effet, la sensibilité à la CSC des alliages sera d'autant plus grande que les éléments d'addition favorisent ou non la précipitation de carbures de chrome aux joints de grains.

Tableau 2-4 : Effets des éléments d'alliage

Eléments d'alliage	Effet Bénéfique	Effet néfaste	Référence
<b>C</b>		Déchromisation aux joints de grains	Wilde 1969
<b>Si</b>		Oxydation préférentielle du silicium	Andresen 2003, Lu 2005
<b>Mo</b>	limite la déchromisation aux joints de grain sous irradiation		Andresen 2003, Lu 2005

2.3.4.2.2. Ecrouissage

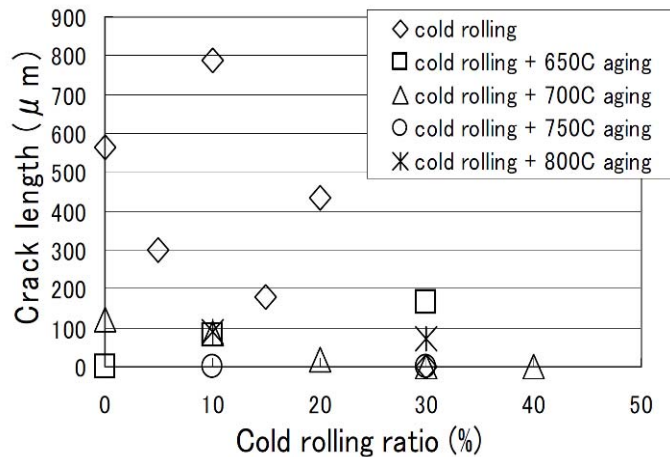
L'irradiation par les neutrons provoque des modifications de la microstructure et de la chimie aux joints de grains, principalement une précipitation de carbures de Cr entraînant un appauvrissement local en Cr, critique quant à la résistance à l'IGSCC des matériaux irradiés en milieu REB. Le durcissement induit par l'irradiation se traduit par une augmentation de la limite d'écoulement (jusqu'à 1000 MPa). Toutefois, une augmentation de la limite d'écoulement peut également être produite par écrouissage mécanique, par exemple lors d'opérations de soudage (contraintes résiduelles).

L'étude de la CSC des aciers inoxydables austénitiques en conditions oxydantes de REB a mis en évidence l'effet délétère de l'écrouissage sur la sensibilité de ces aciers à la CSC (Andresen 2003), (Castano 2003).

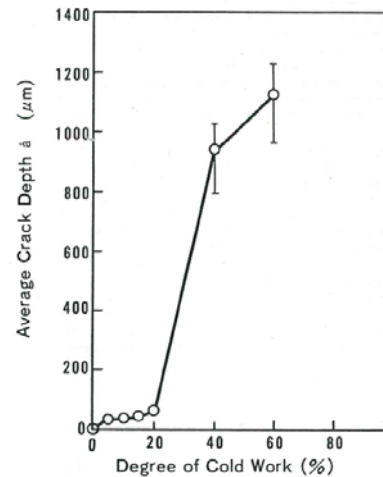
Effet de l'écrouissage sur le temps d'amorçage

L'écrouissage n'est pas nécessaire à l'amorçage des fissures de CSC ni pour les aciers sensibilisés ni pour les aciers hypereutectiques en milieu REB (Figure 2-20), (Ishiyama 2005). Toutefois, il a été montré (Kuniya 1988) que l'écrouissage diminue nettement le temps d'amorçage (Figure 2-21). Par exemple,

sur un acier 304L écroui par laminage jusqu'à 5% de réduction d'épaisseur, la CSC s'amorce en 500 h (50  $\mu\text{m}$  obtenu) sous déplacement imposé alors qu'aucune amorce n'est observée dans les mêmes conditions sur le matériau à l'état de référence (hypertrempé). De plus, la sensibilité à la CSC augmente considérablement à partir d'une pré-déformation par laminage de 40%. Ceci peut être expliqué par la formation de martensite d'écrouissage lors de la pré-déformation (Kuniya 1988), (Ishiyama 2005). On notera qu'Ishiyama observe un changement de morphologie de fissuration pour un acier 316L : un amorçage intragranulaire est suivi d'une propagation intergranulaire.



**Figure 2-20 : Influence de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC d'un acier 316L ( $Md_{30} = 11^\circ\text{C}$ ), essais CBB pendant 1000 h, 8 ppm d'oxygène dissous (Ishiyama 2005)**



**Figure 2-21 : Influence de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC d'un acier 304L ( $Md_{30} = 7^\circ\text{C}$ ), essais CBB pendant 500 h, 8 ppm d'oxygène dissous (Kuniya 1988)**

#### Effet de l'écrouissage sur la vitesse de propagation des fissures

Castano (Castano 2003) étudie l'effet de l'écrouissage sur la vitesse de propagation des fissures de CSC pour un acier sensibilisé 304 et un acier non sensibilisé de type AISI 347 (18Cr-10Ni-Nb). L'acier inoxydable 347 est écroui à froid par traction et l'écrouissage de l'acier 304 est réalisé par traction à  $200^\circ\text{C}$  pour se prémunir de la transformation martensitique assistée par la plasticité. Les essais de propagation de la CSC en milieu REB ( $290^\circ\text{C}$ , 200 ppb d' $\text{O}_2$ ) sont réalisés sous chargement trapèze avec un temps de maintien de 9000 s et des déchargements périodiques partiels. Castano observe alors que la vitesse de propagation des fissures de CSC augmente quand l'écrouissage (i.e. la limite d'écoulement du matériau) augmente. Cette tendance est plus marquée pour le matériau non sensibilisé. Les résultats des essais de propagation montrent également qu'à limite d'écoulement comparable, la vitesse de propagation est plus importante pour le matériau sensibilisé. Toutefois, la différence en termes de cinétique de propagation diminue lorsque l'écrouissage du matériau augmente. Lorsque des niveaux d'écrouissage très importants sont atteints, le paramètre dominant devient la limite d'écoulement et non plus le caractère sensibilisé ou non du matériau. D'après les résultats de Castano (Figure 2-22), la vitesse de propagation n'est pas une fonction monotone de la limite d'écoulement : l'effet de l'écrouissage se stabilise pour des valeurs supérieures à 700 MPa. Andresen (Andresen 2003), (Figure 2-23) vérifie cette évolution de la vitesse de propagation pour des aciers inoxydables non sensibilisés soumis à un chargement constant. Jusqu'à un écrouissage menant à une limite d'écoulement d'environ 700 MPa, la vitesse de propagation augmente quasi-linéairement avec l'écrouissage avec peu d'effet du matériau. Au-delà de 700 MPa, la vitesse de propagation semble se stabiliser, avec ou sans transformation martensitique.

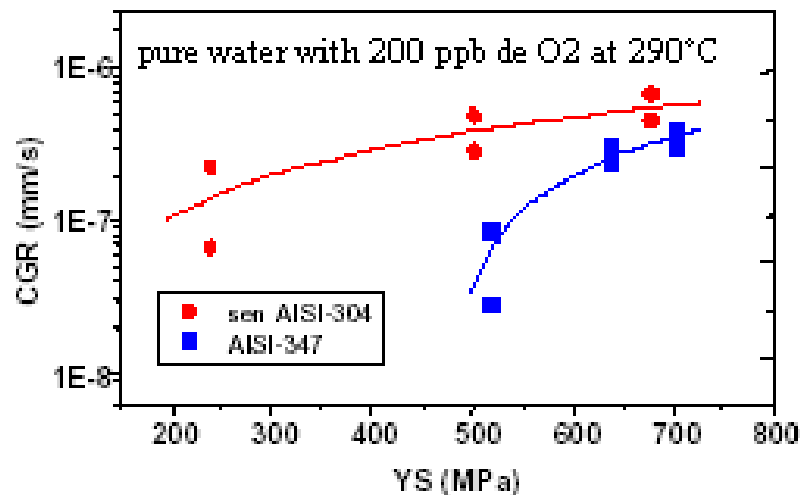


Figure 2-22 : Influence de la limite d'élasticité sur la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'acier 304 sensibilisé et dans l'acier 347 (cycle trapèze,  $K_{\max} = 35 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ ,  $T_m = 2,5 \text{ h}$ ). Ecouissage par traction (Castano 2003)

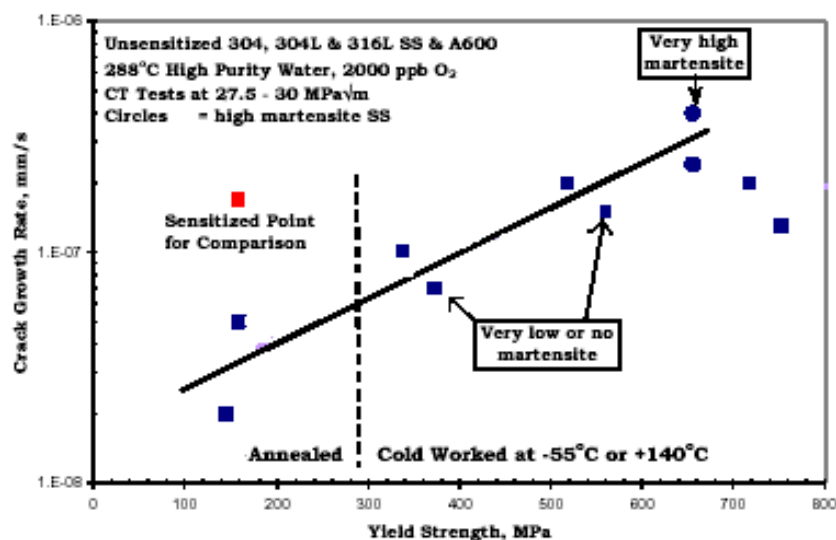


Figure 2-23 : Influence de la limite d'élasticité sur la vitesse de propagation des fissures de CSC en milieu REB dans les aciers 304, 304L et 316L ainsi que dans l'alliage 600 - chargement cyclique puis charge constante  $K = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  - Ecouissage par laminage (Andresen 2003)

Sous un chargement trapèze légèrement différent de celui de Castano ( $K = 35 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ ,  $T_m = 3 \text{ h}$ ), Shoji (Shoji 2003) vérifie que la vitesse de propagation augmente avec l'écouissage par laminage pour des matériaux sensibilisés ou non (Figure 2-24). De plus, il observe peu d'effet de la présence de martensite d'écouissage sur la vitesse de propagation des fissures pour les aciers 304 ou 316 non sensibilisés.

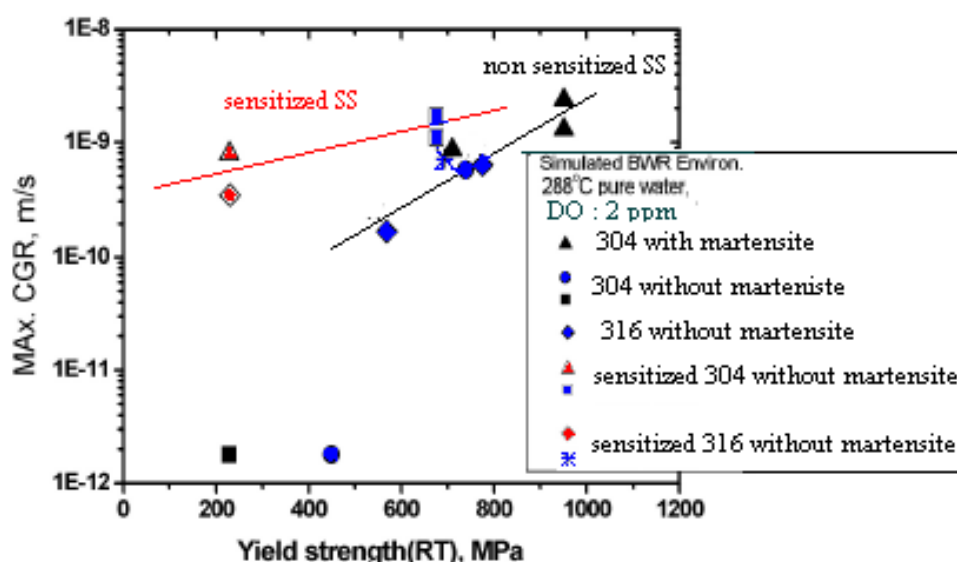


Figure 2-24 : Vitesse maximale de propagation des fissures de CSC en milieu REB en fonction de la limite d'écoulement. Aciers 304 et 316, chargement trapèze,  $K = 35 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,7$ ,  $T_m = 3\text{h}$  (Shoji 2003)

L'ensemble des données présentées ci-dessus confirme l'effet délétère de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC, en termes d'amorçage comme en termes de propagation. On retiendra que l'effet de l'écrouissage est plus marqué pour les aciers non sensibilisés que pour les aciers sensibilisés. On peut comprendre l'augmentation de la CSC avec la limite d'écoulement en se référant à la mécanique de la rupture. L'augmentation de la limite d'écoulement a pour conséquence la réduction de la taille de la zone plastique à facteur d'intensité des contraintes égal. L'écrouissage génère ainsi des gradients de déformation plus importants à proximité du fond de fissure.

L'amorçage et la propagation des fissures de CSC ne sont pas affectés de la même façon par la présence de martensite d'écrouissage. Deux études d'amorçage indépendantes concluent que la présence de martensite d'écrouissage diminue la durée d'amorçage, probablement en favorisant la localisation de la déformation (Kuniya 1988), (Ishiyama 2005). Par contre, en ce qui concerne la propagation des fissures, la martensite semble pouvoir être traitée comme une simple forme d'écrouissage.

### 2.3.4.3. Effet du chargement

#### 2.3.4.3.1. Effet d'un chargement constant

Andresen (Andresen 2003) étudie l'influence du facteur d'intensité de contrainte sur la cinétique de propagation des fissures de CSC dans un acier 316L pré-écroui par laminage à 20 % puis exposé au milieu REB (2 ppm  $\text{O}_2$ , 288°C) sous chargement constant. Il constate que la vitesse de propagation est proportionnelle à  $K^{2,3}$  (Figure 2-25).

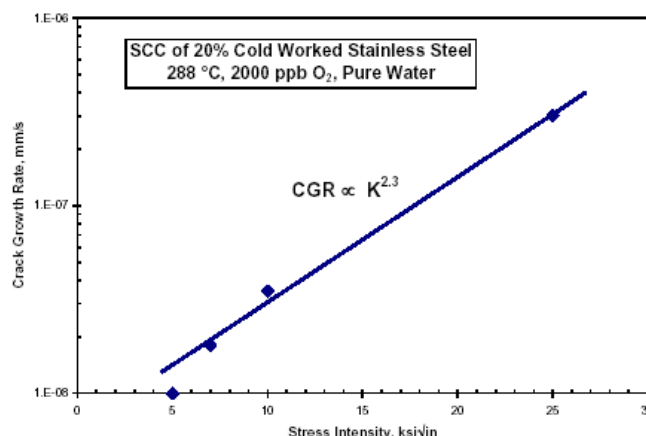


Figure 2-25 : Influence du facteur d'intensité de contrainte sur la vitesse de propagation. Essai sous charge constante, 316L écroui par laminage L(20%), 288°C, 2 ppm  $\text{O}_2$  (Andresen 2003)

### 2.3.4.3.2. Effet d'un chargement cyclique

Plusieurs études portent sur l'effet du temps de maintien sur la vitesse de propagation des fissures de CSC lorsqu'un chargement cyclique trapèze est appliqué avec des déchargements périodiques de 30% ( $R = K_{\min}/K_{\max} = 0,7$ ,  $K_{\max} = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ). Le cycle de chargement appliqué, décrit à la Figure 2-26, est alors caractérisé par l'amplitude  $R$  des déchargements périodiques, le temps de maintien  $T_m$  et la valeur maximale appliquée  $K_{\max}$ . L'amplitude  $R$  des déchargements et le temps de maintien doivent être suffisamment élevés pour éviter de solliciter le matériau en fatigue.

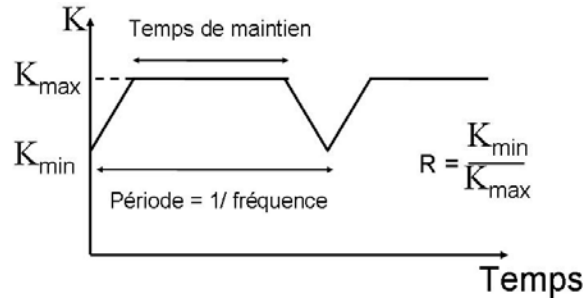


Figure 2-26 : Description d'un chargement cyclique de forme trapèze

Jenssen (Jenssen 2005) étudie l'effet du temps de maintien pour des valeurs comprises entre 3600 s (1 heure) et 100 000 s (27,8 heures) sur la vitesse de propagation des fissures pour un acier 304 sensibilisé et exposé au milieu REB (288°C, 500 ppb d'oxygène). Il vérifie qu'un chargement cyclique ( $R=0,7$ ) augmente la vitesse de propagation des fissures (Figure 2-27). De façon générale, lorsque le temps de maintien augmente, la vitesse de propagation des fissures diminue, car la contribution de la fatigue à l'avancée des fissures diminue (Figure 2-28). La contribution de la fatigue à la propagation globale des fissures devient négligeable par rapport à la contribution de la CSC pour des temps de maintien supérieurs à 10 000 s. En effet pour un temps de maintien de 10 000 s, la vitesse d'avancée des fissures est supérieure d'un facteur 10 à la vitesse de propagation exclusivement par fatigue-corrosion. De plus, pour les temps de maintien supérieurs à 10 000 s, l'examen fractographique révèle une proportion majoritaire de fissures intergranulaires.

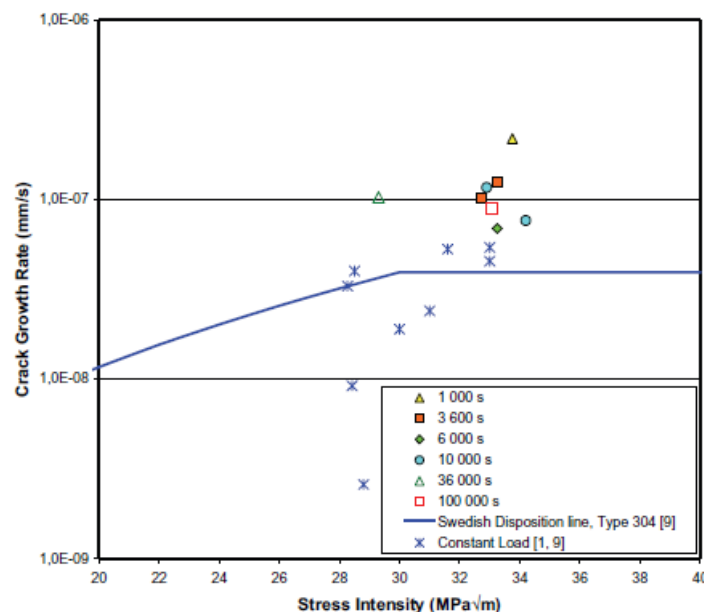
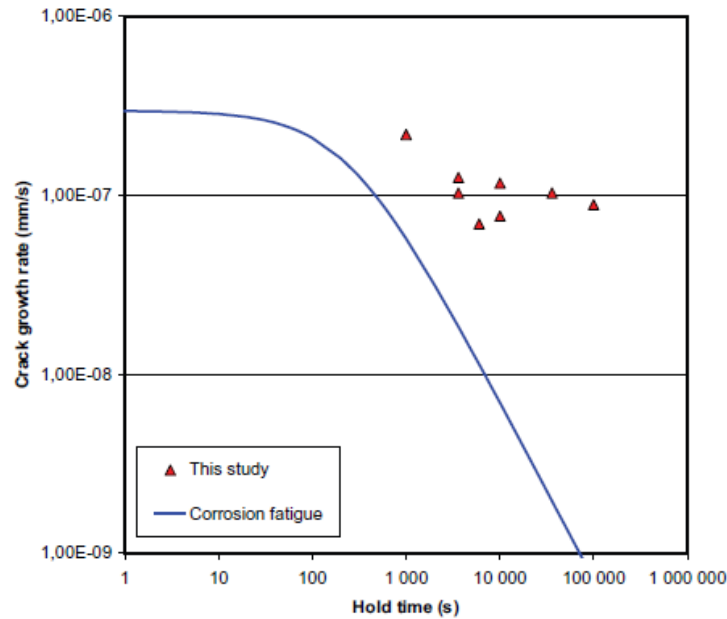


Figure 2-27 : Evolution de la vitesse de propagation des fissures de CSC avec le facteur d'intensité des contraintes pour différents temps de maintien et comparaison avec des données d'essais sous charge constante. Acier 304 sensibilisé, 288°C, 500 ppb  $O_2$ , milieu REB (Jenssen 2005)





**Figure 2-28 : Contribution de la fatigue-corrosion à la vitesse totale de propagation des fissures en fonction du temps de maintien. Acier 304 sensibilisé, 288°C, 500 ppb O<sub>2</sub>, milieu REB. La courbe de fatigue-corrosion présentée est obtenue par calcul ( $R = 0,7$ ) (Jenssen 2005)**

L'application d'un chargement cyclique à basse fréquence à ratio  $R$  élevé facilite l'étude de la CSC en augmentant la vitesse de propagation des fissures par rapport à un chargement constant. Toutefois, comme constaté ci-dessus, la vitesse de propagation globale résulte de l'interaction CSC / fatigue corrosion. Lorsque le faciès de rupture présente des stries de fatigue, la vitesse de propagation par CSC est a posteriori corrigée. Toutefois, la composante fatigue dans le processus global de propagation des fissures dépend très fortement des caractéristiques du chargement cyclique. Par exemple, pour les temps de maintien très longs ( $> 10\,000$  s), la composante fatigue devient négligeable car le chargement est quasi-statique. Itow (Itow 2005) contribue à éclaircir les effets du mode de chargement sur la vitesse de propagation des fissures de CSC et les morphologies de ces dernières. Il soumet un acier 316L sensibilisé à un chargement cyclique triangulaire (fréquence des cycles de  $10^{-4}$  Hz soit un cycle de  $10^4$  s,  $K_{\max} = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ) pour deux valeurs de  $R$  (0,8 et 0,9). Les essais sont réalisés en milieu REB à 288°C. A  $R = 0,8$ , le faciès de rupture est mixte (intergranulaire et intragranulaire) mais majoritairement intergranulaire. A  $R = 0,9$ , le faciès de rupture est purement intergranulaire.

On retiendra qu'en milieu REB, la vitesse de propagation des fissures de CSC sous charge constante augmente avec le facteur d'intensité des contraintes. Une loi en  $K^{2,3}$  a été proposée par Andresen. L'application d'un chargement cyclique permet d'accélérer les cinétiques de propagation. Un chargement cyclique de forme trapèze est couramment utilisé dans la littérature. Pour augmenter les vitesses de propagation, il faut choisir un rapport  $R$  petit et un temps de maintien court, le risque étant alors de passer dans le domaine de la fatigue corrosion. Une valeur minimum de 0,7 pour le rapport  $R$  et un temps de maintien minimum de 10 000 secondes sont à privilégier pour les études de CSC.

#### 2.3.4.4. Caractérisation des oxydes en pointe de fissure

Les analyses de pointes de fissures au microscope électronique en transmission (MET) réalisées par Bruemmer (Bruemmer 2005) et Lu (Lu 2005) fournissent de précieuses informations sur la nature et la structure des oxydes formés pour, respectivement, les aciers écrouis non sensibilisés et les aciers sensibilisés.

Les analyses ont été réalisées en pointe de fissures dans un acier 304 irradié issu d'un composant en service et pour des matériaux écrouis non sensibilisés après des essais de propagation en laboratoire (304L et 316L, 20% d'écrouissage, essai de charge constante à 288°C sous  $K = 33 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , 5000 h, 2 ppm O<sub>2</sub>). Que ce soit pour l'acier 304 irradié ou pour les aciers inoxydables pré-écrouis, la même structure bi-couche de l'oxyde est observée (Figure 2-29) :

- une couche interne, composée d'oxydes de structure spinelle, riche en Cr,
- une couche externe, composée d'oxydes de structure spinelle, riche en Fe.

Pour l'acier 304 irradié, la couche interne riche en Cr est poreuse en pointe de fissure mais non poreuse sur les lèvres de la fissure. Son épaisseur est d'environ 5 à 10 nm, soit 5 fois plus faible que l'épaisseur observée pour les aciers 304L et 316L écrouis. Aucune structure de déformation (lignes de dislocations, macles...) n'a pu être associée à la propagation des fissures. Par contre les pores sont allongés dans la direction de propagation de la fissure, le long des joints de grains.

Pour les aciers 304L et 316L écrouis, la couche d'oxyde interne est plus épaisse que celle observée pour l'acier 304 irradié : 5 nm en pointe de fissure et environ 50 nm sur les lèvres de la fissure pour les aciers non sensibilisés. De fines porosités observées à proximité de l'interface métal-oxyde sont localisées dans l'oxyde et non dans le métal. Aucune différence significative de composition n'est mesurée à l'EDS en avant de la pointe de fissure dans les aciers écrouis par rapport à l'acier 304 sensibilisé. Par contre, les observations MET révèlent une forte densité de dislocations autour de la pointe de fissure ainsi que de nombreuses bandes de glissement et des macles (Figure 2-30).

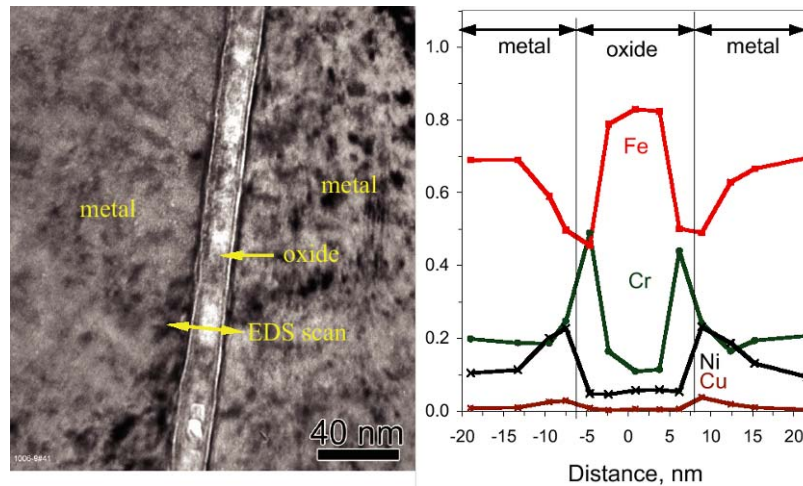


Figure 2-29 : Composition de l'oxyde formé dans un acier 304 écroui à 20 % (charge constante :  $K_{\max} = 33$  MPa. $\sqrt{m}$ , 2 ppm de  $O_2$  à 288°C pendant 5000 h) (Bruemmer 2005)

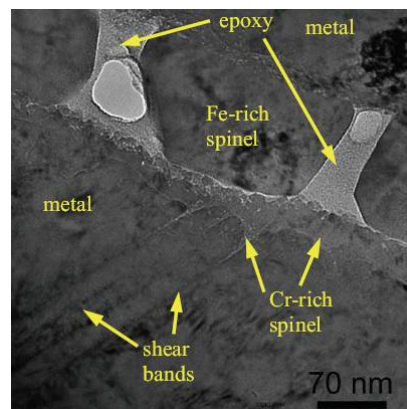
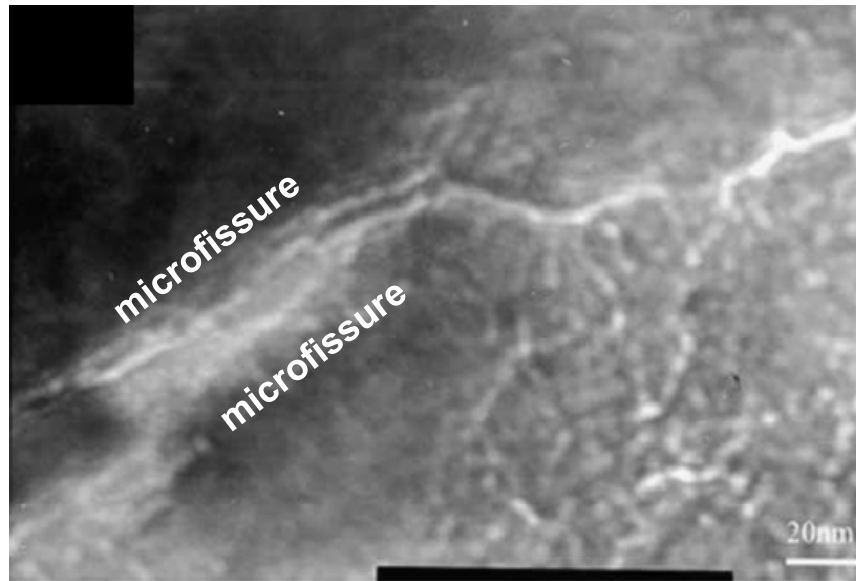


Figure 2-30 : Pénétrations d'oxyde le long des bandes de glissement dans un acier 304L écroui à 20 % et sollicité sous charge constante en milieu REB ( $K_{\max} = 33$  MPa. $\sqrt{m}$ , 2 ppm de  $O_2$  à 288°C pendant 5000 h) (Bruemmer 2005)

Lu (Lu 2005) compare la structure des oxydes formés dans les fissures de CSC pour un acier 304L sensibilisé ( $R_{p0,2} = 228$  MPa) et pour le même acier sensibilisé puis écroui à chaud pour prévenir toute transformation martensitique ( $R'_{p0,2} = 683$  MPa). L'acier 304L sensibilisé puis écroui est soumis à un chargement trapèze ( $R = 0,7$ ,  $K_{\max} = 30$  MPa. $\sqrt{m}$  et  $T_m = 3$  h) en milieu REB (eau pure, 2 ppm  $O_2$  et  $T = 288$  °C). Les mêmes oxydes qu'observés par Bruemmer à 2 ppm d' $O_2$  sont identifiés au MET : un oxyde riche en Cr de structure spinelle et un oxyde riche en Fe de type  $Fe_3O_4$ . Lorsque la teneur en oxygène du milieu est supérieure à 20 ppm, Lu observe que la structure bicouche n'est pas conservée et il identifie un mélange de deux oxydes :  $FeCr_2O_4$  et  $Fe_3O_4$ . Ce résultat pourrait expliquer l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures lorsque la teneur en  $O_2$  augmente : la couche d'oxyde riche en Cr est protectrice tant que son intégrité est préservée. Lu observe pour l'IGSCC, de fines microfissures dans l'oxyde qu'il relie à l'interaction entre fluage de l'oxyde et chargement



extérieur (Figure 2-31). La vitesse de fluage de l'oxyde à 288°C ne suffirait pas à accommoder les déformations induites par le chargement extérieur, d'où l'amorçage et la propagation des fissures.



**Figure 2-31 : Coalescence de micro-fissures observées dans un oxyde poreux en fond de fissure - acier 304L en milieu REB sous un chargement trapèze ( $R = 0,7$ ,  $K_{\max} = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  et  $T_m = 3 \text{ h}$  avec 2 ppm de  $\text{O}_2$  à 288°C pendant 550 h) (Lu 2005)**

#### 2.3.4.5. Synthèse

Au vu des résultats répertoriés dans la littérature, il semble que la sensibilisation soit le principal facteur altérant la résistance à la CSC des aciers inoxydables en milieu REB. L'effet de la sensibilisation prime sur l'effet, pourtant aggravant, de l'écrouissage. Le mécanisme de « glissement / dissolution / passivation » sur lequel se fondent les modèles de Ford et de Shoji (Ford 1984), (Shoji 1992), (Shoji 2010) fournit une description raisonnable de la CSC intergranulaire observée sur les aciers sensibilisés exposés au milieu REB. En effet, sous l'effet de l'irradiation ou d'un traitement thermique adapté, des carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  précipitent aux joints de grains, entraînant un appauvrissement local en Cr de la solution solide. Sous l'effet de la contrainte appliquée, le film passif est rompu par l'émergence des bandes de glissement et le mécanisme de corrosion sous contrainte intergranulaire s'établit. L'effet d'une augmentation de la teneur en carbone de l'acier tout comme l'effet d'une augmentation de la teneur en oxygène du milieu sont aisément compréhensibles. Au-delà d'un certain taux d'écrouissage, l'effet de l'écrouissage sur la vitesse de propagation semble prendre le pas sur l'effet de la sensibilisation (Andresen 2003), (Castano 2003).

#### 2.3.5. Propagation des fissures de CSC en milieu REP

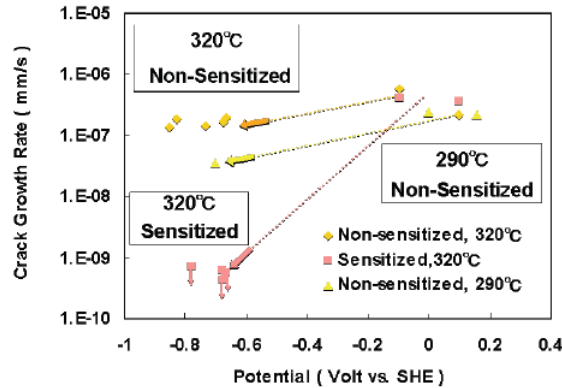
Ce chapitre a pour objectif de faire le point sur les phénomènes de CSC en milieu primaire de REP, milieu pour lequel les études sont plus récentes que pour le milieu REB. Nous nous efforcerons de mettre en exergue les ressemblances mais aussi les divergences relatives à la CSC entre les deux milieux.

Historiquement, la propagation des fissures de CSC a été étudiée avant l'amorçage et actuellement, seule une étude d'amorçage est disponible pour les aciers inoxydables en milieu primaire de REP. Elle est toujours en cours de réalisation au CEA en coordination avec EDF (Herms 2009a), (Huguenin 2010), (Herms 2011a). Par contre, la propagation des fissures de CSC dans les aciers inoxydables en milieu primaire a pour sa part été étudiée dans de nombreux laboratoires, en France comme à l'étranger. L'étude de la propagation est facilitée lorsque des éprouvettes pré-fissurées par fatigue sont utilisées, alors que l'obtention de résultats d'amorçage reste longue et délicate. Aussi, la priorité a d'abord été de comprendre comment se propagent les fissures, avant de se consacrer à l'amorçage.

### 2.3.5.1. Effet du milieu

#### 2.3.5.1.1. Effet du potentiel

En milieu primaire de REP, il n'y a théoriquement pas d'oxygène, c'est la teneur en hydrogène qui fixe la valeur du potentiel.



**Figure 2-32 : Effet du potentiel sur la vitesse de propagation des fissures intergranulaires. Aciers inoxydables 304 et 316, sensibilisés ou non puis écrouis par laminage jusqu'à 20% de réduction d'épaisseur.  $K = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ , 290°C ou 320°C (Arioka 2007)**

Arioka observe que la vitesse de propagation des fissures de CSC intergranulaires diminue modérément lorsque le potentiel diminue pour les aciers inoxydables écrouis non sensibilisés (Figure 2-32). Cette dépendance modérée suggère, selon Andresen (Andresen 2003), que le même mécanisme est à l'origine de la CSC quel que soit le potentiel. Toutefois, l'unicité du mécanisme n'est pas établie. En particulier, on peut imaginer, comme pour les alliages à base nickel, une forte décroissance initiale de la vitesse de propagation lorsque le potentiel diminue suivie d'une augmentation de la vitesse de propagation lorsque les valeurs du potentiel avoisinent celle du milieu primaire de REP.

Arioka (Arioka 2003) réalise des essais de traction lente ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  à 320°C) sur des éprouvettes plates embouties en acier 316, pour trois teneurs en hydrogène dissous (15, 30 et 45 cc/kgH<sub>2</sub>O). Les vitesses moyennes de propagation des fissures de CSC tendent à montrer que la concentration en hydrogène dissous favorise légèrement la propagation de fissures intergranulaires en milieu REP (Figure 2-33 a). Sous charge constante, l'effet de l'hydrogène est très peu marqué. Ainsi Arioka (Arioka 2005; Arioka 2007) étudie à nouveau l'effet de la teneur en H<sub>2</sub> sur la vitesse de propagation des fissures de CSC à 320°C en eau pure désaérée et hydrogénée ainsi qu'en milieu boré et lithié. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes CT pré-fissurées par fatigue puis sollicitées en milieu primaire de REP sous charge constante avec une valeur initiale de  $K$  de 30 MPa $\cdot\sqrt{\text{m}}$ . Il n'observe aucun effet de la teneur en H<sub>2</sub> dans la gamme [0-30 cc/kg] sur la vitesse de propagation des fissures pour des aciers inoxydables écrouis, sensibilisés ou non (Figure 2-33 b). Ce résultat est en accord avec les observations d'Andresen (Andresen 2001b).

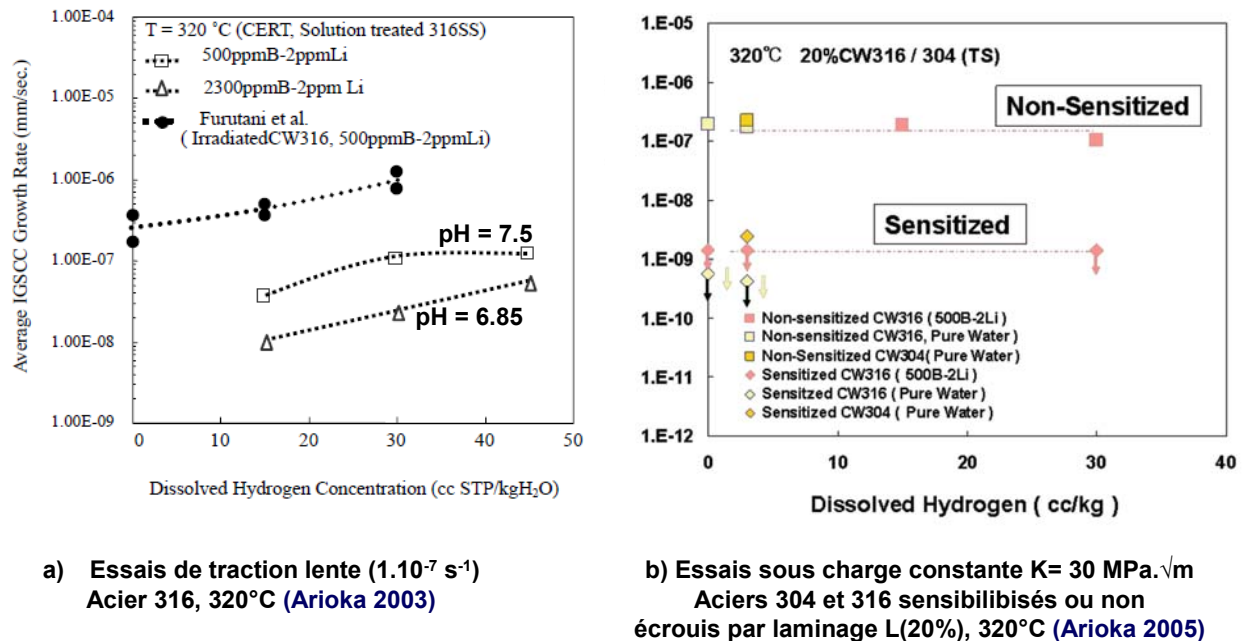


Figure 2-33 : Effet de la teneur en hydrogène dissous sur la vitesse de propagation des fissures de CSC intergranulaires à 320°C

Raquet (Raquet 2005) vérifie et complète les résultats d'Arioka obtenus en traction lente. Il étudie l'effet de 3 teneurs en hydrogène (1, 30 et 100 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$ ) du milieu primaire simulé sur la vitesse moyenne de propagation des fissures de CSC et la morphologie des fissures pour des essais de traction lente ( $1.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) réalisés à 360°C. Les éprouvettes en acier 304L ont été pré-écrouies par grenailage. Ce type d'écrouissage a été choisi car il promeut fortement la sensibilité à la CSC. Raquet constate que la vitesse de propagation augmente d'environ un facteur 10 entre 1 et 30 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$ . Par contre, entre 30 et 100 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$  la vitesse de propagation diminue légèrement (Figure 2-34). De plus, la morphologie des fissures de CSC obtenue avec 1 et 30 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$  est de type intragranulaire alors qu'elle devient mixte (intragranulaire et intergranulaire) pour la teneur la plus élevée en hydrogène dissous.

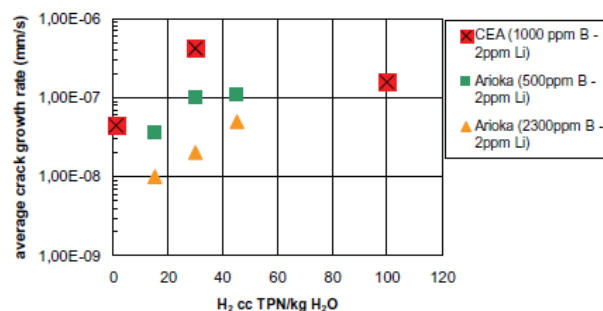


Figure 2-34 : Influence de la teneur en hydrogène dissous sur la vitesse de propagation des fissures de CSC - Acier 304L écroui par grenailage (dureté initiale = 474 HV) - Essai de traction lente  $1.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , 320°C (Raquet 2005)

L'ensemble des données de la littérature converge donc vers un effet négligeable de la teneur en hydrogène dans la gamme des spécifications (20 à 50 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$  avec une teneur maximale visée de 35 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$ ). Une explication au faible effet de la teneur en hydrogène sur la vitesse de propagation des fissures de CSC des aciers inoxydables serait que l'hydrogène monoatomique consommé en pointe de fissure provient de la radiolyse de l'eau et non de l'hydrogène dissous dans le milieu primaire. Ce phénomène a été mis en évidence à l'aide de traceurs dans le cas des Inconel (Laghoutaris 2009) sans être vérifié à ce jour dans les cas des aciers inoxydables.

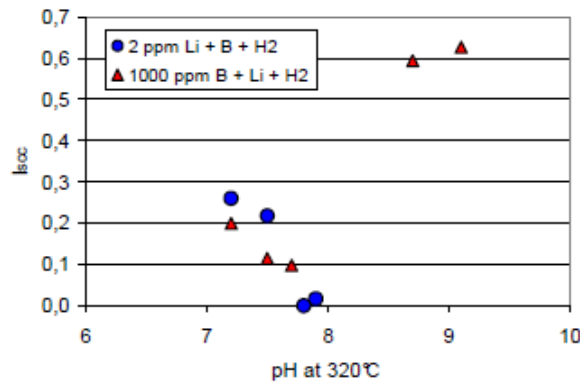
### 2.3.5.1.2. Effet du pH

En milieu primaire, le pH est ajusté par ajout de bore ou de lithium.

Couvant (Couvant 2005) étudie l'évolution de la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables de type 316L sur la base des résultats d'essais de traction lente à  $5.10^{-7} \text{ s}^{-1}$  réalisés à  $320^\circ\text{C}$  en milieu hydrogéné pour différentes teneurs en bore et en lithium et donc pour différents pH dans la gamme [7,2 : 9,1]. Pour les différentes valeurs de pH testées, l'indice de sensibilité à la CSC est calculé comme la différence normée entre l'allongement de l'éprouvette en environnement inerte ( $El_{Ar}$ ) et en milieu primaire ( $El_{PWR}$ ) selon l'équation 2-12 :

$$I_{CSC} = \frac{El_{ar} - El_{PWR}}{El_{ar}} \quad 2-12$$

L'indice  $I_{CSC}$  ainsi défini diminue significativement quand le  $pH_{320^\circ\text{C}}$  augmente de 7,2 à 7,9 (Figure 2-35). Par contre, pour les pH basiques ( $>8,5$ ), la sensibilité à la CSC augmente de façon considérable. Il existerait donc un minimum de sensibilité à la CSC pour une valeur de pH comprise entre 7,9 et 8,5. Couvant observe en outre que l'augmentation du pH favorise la CSC intergranulaire au détriment de la CSC intragranulaire.



**Figure 2-35 : Sensibilité à la CSC en fonction du pH, essais de traction lente ( $5.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) à  $320^\circ\text{C}$ , acier 316L, milieu primaire B/Li (Couvant 2005)**

Ces observations sont cohérentes avec celles de (Castano 2003) : il y a peu ou pas d'effet d'une baisse du pH par ajout de B. Par contre, un pH basique ( $>8,5$ ) a un effet négatif sur la résistance à la CSC. Des données complémentaires (Andresen 2005b), (Arioka 2003), laissent penser que la sensibilité varie peu avec le pH pour des valeurs inférieures à 7,2.

Andresen (Andresen 2005b) étudie la vitesse de propagation des fissures de CSC à  $288^\circ\text{C}$  pour un acier inoxydable de type 304L écroui préalablement jusqu'à une limite d'écoulement de 750 MPa. Après une étape de pré-fissuration jusqu'à 3400 h environ, la vitesse de propagation est mesurée en milieu HWC (Hydrogen Water Chemistry), constitué d'eau pure avec 17,7 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$  d'hydrogène ( $\text{pH} = 5,6$ ). A 4200 heures environ, 1000 ppm de bore et 1 ppm de lithium sont ajoutés. Le pH augmente alors de 5,6 à 6,5. Malgré l'augmentation du pH, aucun effet significatif n'est observé sur la vitesse de propagation des fissures.

Arioka (Arioka 2003) compare l'effet d'une teneur en B de 500 ou 2300 ppm associée à une teneur en Li de 2 ppm pour 3 teneurs en hydrogène (15, 30 et 45 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$ ). Les vitesses de propagation mesurées sur des éprouvettes plates embouties en acier 316, soumises à une vitesse de déformation lente ( $1.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) sont plus faibles lorsque le pH diminue de 7,5 (pour 500 ppm de B) à 6,85 (pour 2300 ppm de B) (Figure 2-33 a).

Si on se réfère à la Figure 2-36, il est possible de comparer les vitesses de propagation d'un acier 316L écroui par traction puis sollicité sous chargement trapèze en milieu primaire nominal (1200 ppm de B, 2 ppm de Li, 3,2 ppm de  $\text{H}_2$ ,  $\text{pH}_{340^\circ\text{C}} = 7,45$ ) et en milieu riche en Li et pauvre en B (108 ppm de B, 7 ppm de Li, 3,2 ppm de  $\text{H}_2$ ,  $\text{pH}_{340^\circ\text{C}} = 8,74$ ). A pH et teneur en Li élevés, la sensibilité à la CSC est plus importante qu'en milieu nominal.

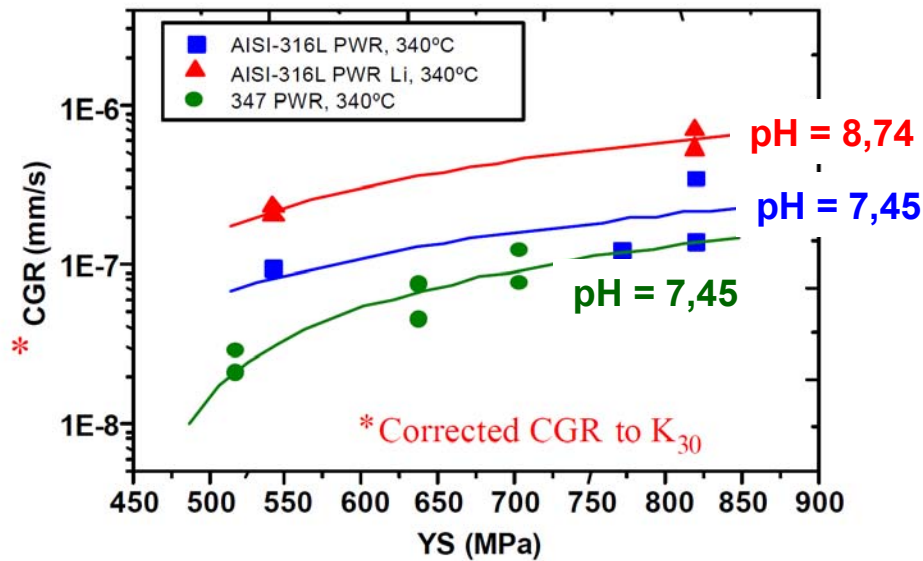


Figure 2-36 : Evolution de la vitesse de propagation en fonction de la limite d'écoulement - Aciers 316L et 347 (18Cr 10Ni Nb) écrouis par traction, cycle trapèze ( $R=0,7$ ,  $T_m=9000s$ ). Vitesse de propagation corrigée pour une valeur de  $K = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$  - Milieu primaire ou milieu haut lithium, 340°C (Castano 2003)

En recoupant les données de la littérature, on retiendra qu'il y a peu d'effet d'une variation du pH en dessous de 6,5 (Arioka 2003), (Andresen 2005b). Pour des valeurs du pH au delà de 8, les études disponibles mettent en évidence une augmentation importante de la sensibilité observée (Couvant 2005; Castano 2003). Pour les valeurs intermédiaires du pH, c'est-à-dire entre 6,5 et 8, Arioka observe que la vitesse de propagation des fissures intergranulaires diminue avec la diminution du pH, alors que Couvant conclut à une diminution de la sensibilité à la CSC lorsque le pH varie de 7,2 à 8. Ces résultats ne sont incompatibles qu'en apparence. En effet, l'indice de sensibilité utilisé par Couvant intègre fissuration intergranulaire et intragranulaire. Couvant précise également que la fissuration intergranulaire est favorisée par une augmentation du pH de 7,2 à 8, ce qui est cohérent avec l'augmentation de la vitesse de propagation intergranulaire observée par Arioka.

#### 2.3.5.1.3. Effet de la température

La CSC est un phénomène thermiquement activé qui suit classiquement une loi d'Arrhenius. Arioka (Arioka 2003) évalue une énergie d'activation apparente à  $90,3 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  (Figure 2-37) pour des essais de traction lente à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  sur des éprouvettes embouties en acier 316 en milieu primaire (500 à 3500 ppm de B, 2 ppm de Li) ce qui est cohérent avec la valeur proposée par Andresen (Andresen 2001b) en milieu hydrogéné (teneur en hydrogène de 17,7 cc/kgH<sub>2</sub>O sans bore ni lithium). Andresen propose la valeur  $64,2 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  dans la gamme de température [288-340°C]. En milieu primaire lithié, Tice (Tice 2005) estime l'énergie d'activation apparente proche de  $65 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  entre 288 et 340°C (essais sur des éprouvettes de type CT en acier 304 écroui par laminage, pré-fissurées par fatigue puis soumises à un chargement trapèze en milieu primaire). Guerre (Guerre 2007) calcule une énergie d'activation apparente de  $77 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour la propagation des fissures de CSC dans un acier de type 316L pré-déformé par laminage et soumis à un chargement de forme trapèze en milieu primaire (1000 ppm de B, 2 ppm de Li) dans la gamme de [289 -320°C], (Figure 2-38). En 2007, Arioka (Arioka 2007) confirme une valeur de l'énergie d'activation autour de  $100 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  à partir des cinétiques de propagation obtenues sur éprouvettes CT pré-fissurées par fatigue et soumises à une charge constante ( $K_{\text{initial}} = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ ) (Figure 2-39). La proximité des valeurs trouvées dans les différents laboratoires tend à démontrer que les teneurs en bore et lithium ne modifient pas la cinétique de propagation intergranulaire des fissures de CSC. Lu (Lu 2008) estime l'énergie d'activation apparente à  $93 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour un acier 316L fortement écroui (limite d'écoulement de 1000 MPa) testé en milieu primaire de REP. Dans ces conditions, la vitesse de propagation des fissures de CSC augmente quand la température augmente de 290°C à 315 °C puis une chute de la vitesse de propagation est observée à 340 °C.

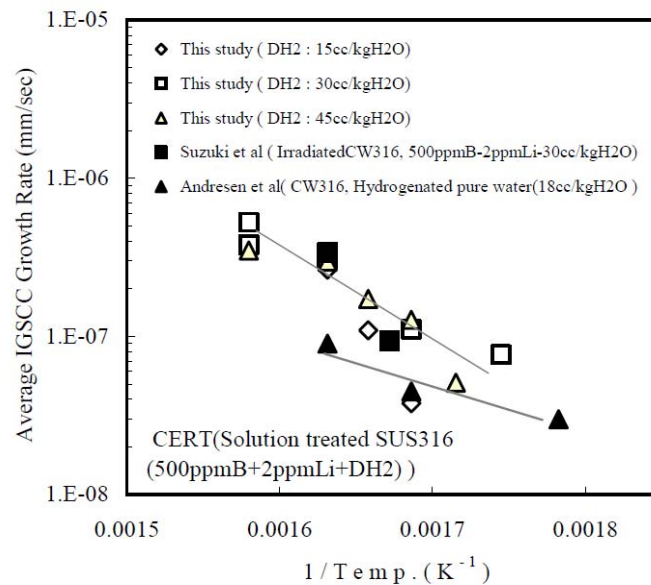


Figure 2-37 : Evolution de la vitesse de propagation intergranulaire en milieu primaire de REP en fonction de la température. Acier 316, essais de traction lente  $1.10^{-7} s^{-1}$  (Arioka 2003)

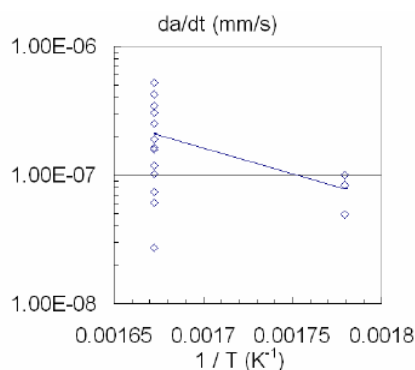


Figure 2-38 : Evolution de la vitesse de propagation intergranulaire en milieu primaire de REP en fonction de la température. Acier 316L pré-déformé par laminage L(40%). Chargement constant ou trapèze. Vitesses de propagation normalisées pour  $K = 30 MPa \cdot \sqrt{m}$  (Guerre 2007)

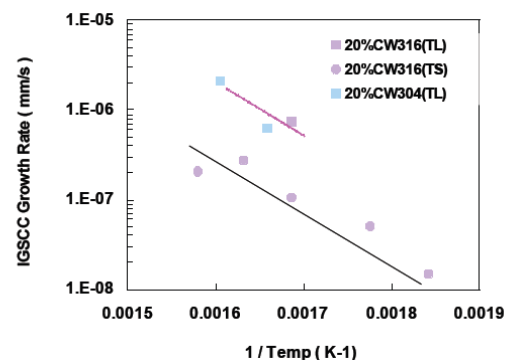


Figure 2-39 : Evolution de la vitesse de propagation intergranulaire en milieu primaire de REP en fonction de la température. Aciers 304 et 316 écrouis par laminage L(20%). Essais sous charge constante  $K = 30 MPa \cdot \sqrt{m}$  (Arioka 2007)

Une valeur de l'énergie d'activation apparente, inférieure à celles généralement proposées pour la propagation des fissures de CSC, a été calculée à partir des résultats de CSC obtenus en traction lente sur des aciers inoxydables de type 304L écrouis par grenaillage et de type 304L ou 316L écrouis par fatigue. La fissuration par CSC est observée dans la gamme 180-360°C. A 140°C, aucune fissuration par CSC n'a pu être observée lors de cette étude. L'énergie d'activation de la CSC a été estimée à hauteur de  $29 kJ \cdot mol^{-1}$  pour les trois couples matériaux / écrouissage étudiés (Herms 2005).

L'ensemble des valeurs d'énergie d'activation proposées dans la littérature est résumé ci-dessous (Tableau 2-5).



**Tableau 2-5 : valeurs de l'énergie d'activation de la CSC en milieu primaire de REP proposées dans la littérature pour les aciers inoxydables et comparaison avec le milieu**

Matériaux	Mode d'écrouissage	Essais	Milieu	Gamme de température (°C)	Energie d'activation (kJ.mol <sup>-1</sup> )	Référence
316	Emboutissage	Traction lente	milieu primaire, 500 à 3500 ppm B, 2 ppm Li, 15 à 45cc/kgH <sub>2</sub> O	[300 : 360]	90,3	<a href="#">Arioka 2003</a>
316L	Laminage croisé	Charge constante	Milieu hydrogéné, 17,7 cc/kgH <sub>2</sub> O	[288:340]	64,2	<a href="#">Andresen 2001b</a>
304	Laminage unidirectionnel	Chargement trapèze	milieu lithié hydrogéné, 2 ppm Li, 35 à 45 cc/kgH <sub>2</sub> O	[288:340]	65	<a href="#">Tice 2005</a>
316L	Laminage	Chargement trapèze	milieu primaire, 1000 ppm B, 2 ppm Li, 20 à 50 cc/kgH <sub>2</sub> O	[290:325]	65	<a href="#">Guerre 2007</a>
316	Laminage unidirectionnel	Charge constante	Milieu primaire, 500 ppm B, 2 ppm Li, 30 cc/kgH <sub>2</sub> O	[320 : 360]	100	<a href="#">Arioka 2007</a>
316L	Laminage unidirectionnel	Chargement trapèze	Milieu primaire	[290:340]	93	<a href="#">Lu 2008</a>
304L/316L	Grenaillage/Fatigue	Traction lente	milieu primaire, 1000 ppm B, 2 ppm Li, 20 à 50 cc/kgH <sub>2</sub> O	[180:360]	29	<a href="#">Herms 2005</a>
316L	Laminage à chaud croisé	Charge constante	milieu REB, 2ppm DO	[200:288]	107	<a href="#">Lu 2008</a>

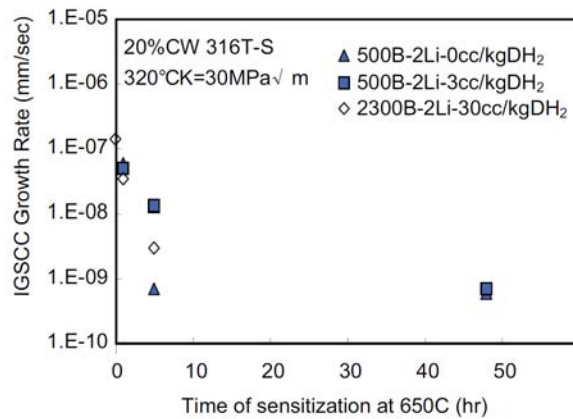
Arioka ([Arioka 2003](#); [Arioka 2005](#); [Arioka 2007](#)) observe que l'énergie d'activation du fluage dans l'air entre 450 et 525°C est de 110,4 kJ.mol<sup>-1</sup>. Cette valeur est très proche de celle généralement observée pour la propagation des fissures de CSC quoique légèrement supérieure. Arioka en conclut que l'effet de la température sur la vitesse de propagation est une conséquence directe de l'effet de la température sur la vitesse de fluage secondaire. Arioka s'appuie également sur les faciès de rupture des éprouvettes après essais de fluage en température et dans l'air. Ainsi, une éprouvette de fluage en acier 316 écroui par laminage jusqu'à 20% présente, après essai à 525°C, un faciès caractéristique d'une rupture par glissement intergranulaire. Arioka considère donc que le mécanisme mis en jeu lors de la fissuration par CSC fait fortement intervenir le glissement intergranulaire. Le domaine de température étudié est supérieur aux températures d'intérêt pour le milieu primaire. Toutefois, le glissement intergranulaire a été observé en milieu primaire ([Couvant 2004b](#)) sur des éprouvettes de traction lente en acier 304L.

## 2.3.5.2. Effets des paramètres matériaux

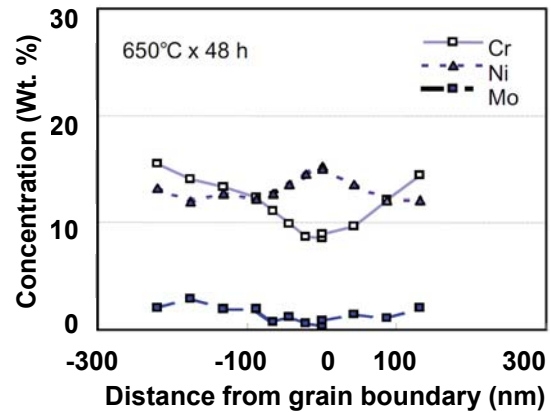
### 2.3.5.2.1. Effet de la composition chimique

#### Effet des précipités

Des essais sous charge constante ont été réalisés sur des éprouvettes CT en acier inoxydable de type 316 sensibilisé à 650°C pendant 1 à 48 h. Arioka ([Arioka 2005](#)) observe que la précipitation de carbures aux joints de grains diminue de façon importante la sensibilité à la CSC d'aciers inoxydables de type 316 malgré la présence d'une zone déchromée aux joints de grains (Figure 2-40 et Figure 2-41). Ces observations sont en accord avec une étude antérieure du même auteur réalisée au moyen d'essais à vitesse de déformation imposée ([Arioka 2003](#)).

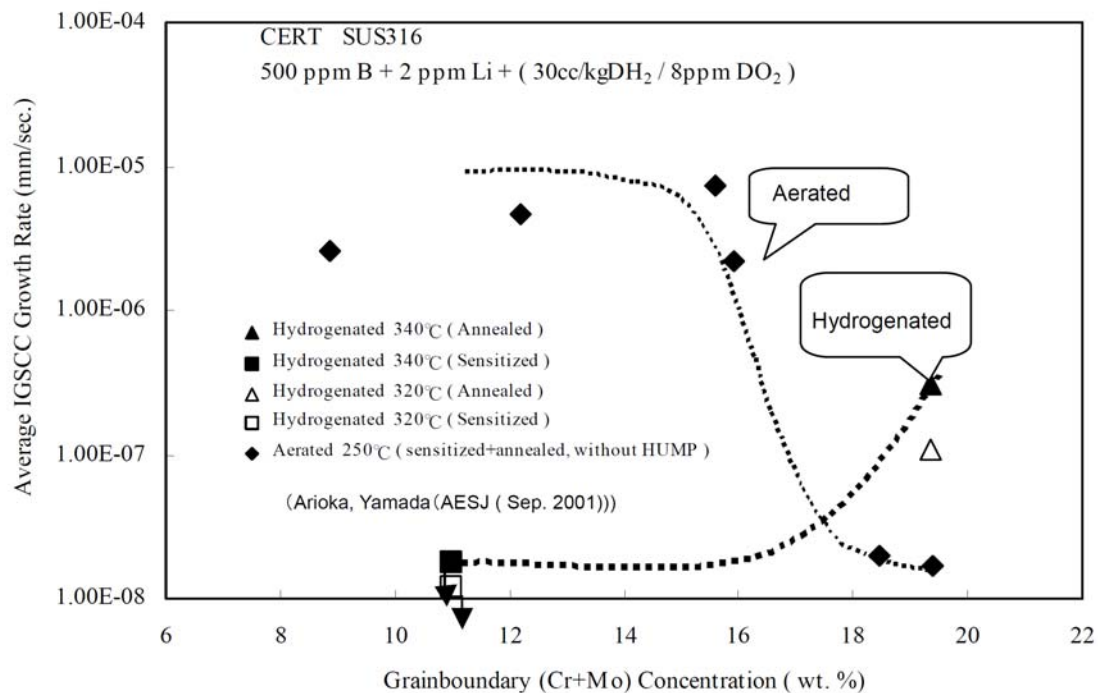


**Figure 2-40 : Influence du degré de sensibilisation sur la vitesse de propagation des fissures de CSC intergranulaires (Arioka 2005)**



**Figure 2-41 : Evolution de la teneur massique en Cr, Ni, et Mo autour d'un joint de grains (Arioka 2005)**

L'effet de la sensibilisation en milieu hydrogéné s'oppose donc à celui observé en milieu REB (Figure 2-42). Arioka interprète le rôle bénéfique des carbures en milieu hydrogéné comme celui de barrières mécaniques s'opposant au fluage intergranulaire. A l'inverse en milieu REB, c'est la composition chimique du joint de grains qui a un effet déterminant, ce qui se traduit par une dissolution sélective des zones déchromées.



**Figure 2-42 : Effet de la composition chimique des joints de grains sur la vitesse de propagation des fissures intergranulaires. Comparaison milieu REP (hydrogéné) et milieu REB (oxygéné) (Arioka 2005)**

#### Teneur en Mo et en Cr

D'après Arioka (Arioka 2005), la teneur en Mo n'a pas d'effet significatif sur la vitesse de propagation des fissures de CSC intergranulaires. Par contre, cette vitesse diminue de façon significative lorsque la teneur en Cr augmente. Arioka relie ces deux comportements à la composition des couches d'oxyde : la teneur en Cr de la couche passive augmente d'un facteur 2 quand la teneur en Cr passe de 10 à 20% massique. Aucun enrichissement en Mo n'est observé dans la couche passive, ce qui pourrait fournir une explication au peu d'effet observé de la teneur en Mo en milieu hydrogéné.



### Rôle de l'EDE

En milieu REB, une étude sur l'effet de la composition chimique des aciers inoxydables austénitiques écrouis conclut que la sensibilité à la fissuration intergranulaire par CSC diminue quand l'énergie de défaut d'empilement augmente (Yonezawa 2009). La résistance à la CSC est améliorée en augmentant la teneur en nickel, facteur prépondérant dans le calcul de l'EDE. En milieu primaire, Was (Jiao 2007) propose la localisation de la déformation comme phénomène à l'origine de la CSC assistée par irradiation (IASCC). Ils montrent que le degré de déformation localisée tend à diminuer quand l'EDE augmente de 10 à 70  $\text{mJ.m}^{-2}$ . Les études sur l'effet de l'EDE en milieu REB sur aciers inoxydables écrouis et en milieu primaire sur aciers inoxydables irradiés concordent : les faibles valeurs de l'EDE favorisent la localisation de la déformation et donc la sensibilité à la CSC.

En milieu primaire de REP, Couvant corrèle localisation de la déformation et lieu d'amorçage de la CSC pour les aciers inoxydables austénitiques, sans aller jusqu'à paramétrer l'effet de l'EDE (Couvant 2009).

### *2.3.5.2.2. Eléments microstructuraux*

#### Effet de la ferrite résiduelle

L'interface ferrite / austénite est connue pour être un lieu de concentration des contraintes et d'incompatibilités de déformation indépendamment du milieu d'étude. Aussi une augmentation de la teneur en ferrite est-elle connue pour diminuer la durée de vie en fatigue des aciers inoxydables (Rho 1998): les fissures de fatigue s'amorcent à l'interface austénite-ferrite.

En milieu primaire de REP, la ferrite résiduelle  $\delta$  a été identifiée suite à des observations MET (Couvant 2004b) comme un facteur favorisant le glissement multiple dans l'austénite qui l'entoure. Le CIEMAT (Castano 2003) observe que la propagation de fissures de CSC intergranulaires dans l'acier 347 est environ deux fois plus faible que dans l'acier 316L en milieu primaire de REP. Le CIEMAT propose d'expliquer cette différence de cinétique de propagation par la différence de teneur en ferrite résiduelle, l'acier 347 contenant nettement moins de ferrite résiduelle que l'acier 316L (respectivement <1% et 3,5%). Toutefois, les cinétiques de propagation mesurées expérimentalement par EDF (Tribouilloy 2007b), (Vaillant 2009) sont plus élevées pour un acier de type 316L (<1% de ferrite) que pour un acier de type 304L (environ 4% de ferrite).

L'effet de la teneur en ferrite sur la vitesse de propagation des fissures de CSC n'est donc pas clairement établi. Par contre, le rôle de la ferrite comme source de localisation de la déformation fait l'objet d'un consensus. Couvant propose d'ailleurs une analyse précise de la localisation de la déformation en présence de ferrite. D'après ses observations en microscopie électronique à transmission (Couvant 2004b), l'interface ferrite / austénite n'est pas un site privilégié d'amorçage de la CSC. Cependant il observe, après essai de traction lente en milieu primaire à 360°C, que les amorces de CSC apparaissent dans l'austénite déformée à proximité de la ferrite, cette dernière jouant donc un rôle indirect.

#### Effet des mécanismes de déformation

Couvant (Couvant 2004b) compare le comportement d'un acier 304L ( $M_{d30} = -3^\circ\text{C}$  et  $M_s = -133^\circ\text{C}$  estimés avec les formules d'Angel) à celui d'un acier 316L non sujet à la transformation martensitique ( $M_{d30} = -15^\circ\text{C}$  et  $M_s = -146^\circ\text{C}$  estimées avec les formules d'Angel). Les essais ont été réalisés à vitesse de déplacement imposée jusqu'à rupture des éprouvettes. Il n'observe aucune influence de la présence de martensite d'écrouissage sur l'aire fissurée par CSC du faciès de rupture. Il n'observe pas non plus d'effet de la présence de martensite d'écrouissage sur la profondeur de la fissure. Le rôle de la martensite d'écrouissage n'étant pas évident, Couvant choisit de traiter la formation de martensite  $\alpha'$  uniquement comme un mode d'écrouissage de l'austénite.

Wright (Wright 2011) pour sa part, a remarqué, grâce à des mesures d'orientation cristallographique réalisées par EBSD, que les macles d'écrouissage jouent un rôle déterminant sur le chemin de fissuration par CSC pour un acier de type 304H écroui par laminage jusqu'à une réduction d'épaisseur de 20%. Il suggère un effet d'orientation : les joints de macles pourraient fournir un chemin de propagation ou bloquer la propagation selon leur orientation vis-à-vis du chargement mécanique.

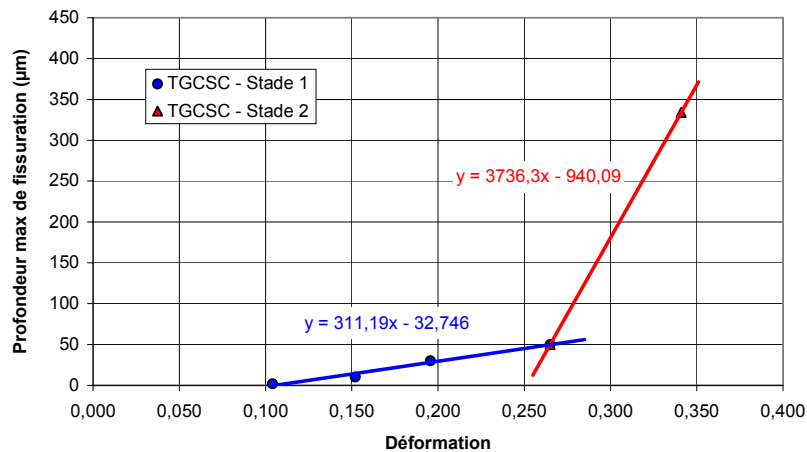
Lozano-Perez (Lozano-Perez 2011) rapporte, pour un acier type 304 écroui par laminage, que les macles favorisent la CSC et il l'interprète par le biais de cinétiques d'oxydation plus élevées le long des joints de macles. Les études menées par EDF (Couvant 2005) ont également mis en évidence une corrélation entre les micro-macles issues de l'écrouissage et le trajet des fissures de CSC pour un

acier de type 304L.

L'ensemble des études sur le rôle des macles concordent pour affirmer que les micro-macles fournissent un chemin privilégié de propagation des fissures de CSC, sous réserve que leur orientation cristallographique soit adaptée.

### 2.3.5.2.3. Seuils d'écrouissage macroscopiques

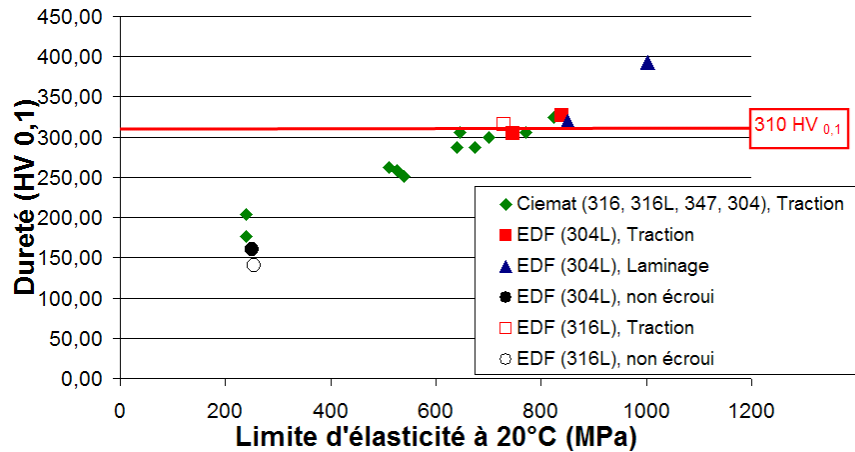
Rappelons l'effet délétère de l'écrouissage sur la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC en milieu REB. Toutefois l'écrouissage n'était pas une condition nécessaire à l'amorçage des fissures de CSC ni dans un acier hypereutecté ni dans un acier sensibilisé. Par contre, en milieu primaire de REP, l'écrouissage semble être une condition nécessaire à la CSC des aciers inoxydables austénitiques hypereutectés. Couvant (Couvant 2004a) identifie pour l'acier 304L un seuil en dureté pour l'amorçage de fissures de CSC intragranulaires de 240 HV<sub>0,1</sub> et un seuil de 310 HV<sub>0,1</sub> pour la propagation rapide (Figure 2-43). Ces seuils de dureté se traduisent pour l'amorçage par un seuil de déformation de 0,10 et un seuil de contrainte de 430 MPa, et pour la propagation par un seuil de déformation de 0,27 et un seuil de contrainte de 700 MPa. Ces seuils sont cohérents avec les résultats obtenus au CIEMAT (Figure 2-44) : Castano (Castano 2003) constate, après essais sous chargement trapèze précédé d'une séquence d'activation sous chargement triangulaire, l'absence de fissuration par CSC en l'absence d'écrouissage.



**Figure 2-43 : Profondeur de fissure en fonction de la déformation sur un acier inoxydable 304L, essais interrompus de traction lente sur éprouvettes lisses ( $5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ,  $360^\circ\text{C}$ , milieu primaire) (Couvant 2004a)**

Il est intéressant de comparer ces seuils macroscopiques de sensibilité à la CSC (amorçage ou propagation) avec les seuils de déformation connus qui jalonnent l'évolution des structures des dislocations dans l'acier 304L. Jusqu'à un seuil de déformation généralisée de 0,10, les dislocations se déplacent dans leur plan de glissement. A partir d'une déformation généralisée de 0,10, des structures plus complexes se forment, les dislocations s'arrangent en rubans. A partir d'une déformation de 0,22 par traction, les dislocations se réarrangent en cellules (Bouget 2000). Les étapes de localisation de la déformation coïncident avec le franchissement des seuils d'écrouissage nécessaires à l'amorçage et à la propagation rapide des fissures de CSC, ce qui est parfaitement cohérent avec les études de Was (Jiao 2007) sur l'EDE.

Couvant (Couvant 2004a) montre pour des essais de traction lente menés sur des éprouvettes en acier 304L écroui de façon homogène qu'un pré-cisaillement (déformation de 0,20) augmente la vitesse de propagation des fissures d'un ordre de grandeur. L'écrouissage à cœur a donc bien un effet délétère sur la résistance à la CSC.

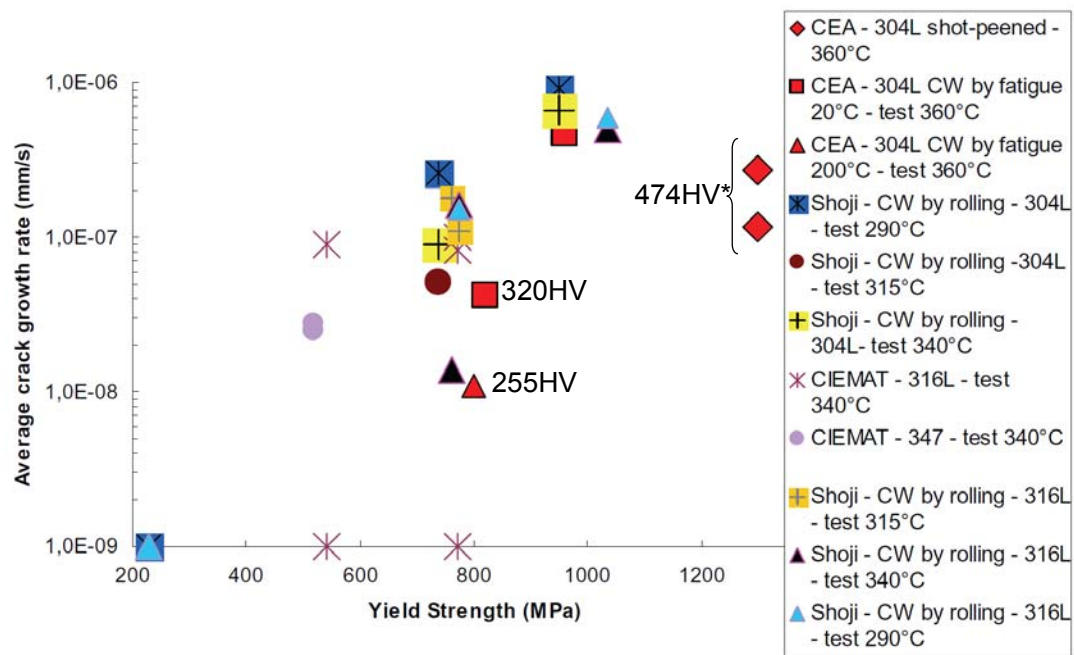


**Figure 2-44 : Evolution de la dureté avec  $R_{p0,2}$  pour les aciers inoxydables austénitiques. Sensibilité à la CSC : critère de dureté pour la CSC en milieu primaire (Tribouilloy 2007a)**

Le franchissement de ces seuils macroscopiques d'écrouissage est une condition nécessaire mais non suffisante pour l'amorçage et la propagation des fissures de CSC : Couvant (Couvant 2005) montre qu'un chemin de déformation complexe favorise l'obtention des fissures intergranulaires de CSC au détriment des fissures intragranulaires et qu'un chargement cyclique favorise l'obtention de fissures (intergranulaires ou intragranulaires) pour les aciers inoxydables austénitiques. Dans le cadre d'un modèle de type « corrosion assistée par la plasticité », l'effet de l'écrouissage peut être compris comme la production d'obstacles au mouvement des dislocations dont l'empilement sur ces obstacles augmente localement le champ des contraintes. Le modèle de Shoji (Shoji 1992), basé sur la vitesse de déformation en pointe de fissure, explique également l'effet de l'écrouissage. L'écrouissage augmente la limite d'écoulement du matériau. La taille de la zone plastique pour une valeur de  $K$  donnée est donc plus petite et le gradient de déformation plus important pour le matériau écroui que pour le matériau non écroui. La vitesse de déformation en pointe de fissure nécessaire pour accommoder les déformations en avant de la fissure sera en conséquent plus importante.

Les études sur la propagation des fissures de CSC réalisées notamment au CIEMAT (Castano 2003) et à EDF (Tribouilloy 2007b) montrent que la vitesse de propagation augmente avec l'écrouissage, qu'il soit produit par traction ou par laminage (Shoji 2003), lorsqu'un chargement trapèze est appliqué. Des essais de propagation sous chargement trapèze ( $R = 0,7$ ,  $T_m = 9000$  s,  $K_{max} = 30$  MPa. $\sqrt{m}$ ) ont été réalisés sur des éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L et en acier 347 en milieu primaire simulé (Figure 2-36). Castano vérifie pour les deux aciers que la vitesse de propagation augmente avec la limite d'écoulement (modifiée par écrouissage par traction). Shoji vérifie l'effet de l'écrouissage sur des éprouvettes laminées en 304L et 316L en milieu primaire simulé dans les mêmes conditions de chargement mécanique (Shoji 2003). A nouveau, l'auteur observe que la vitesse de propagation augmente avec le niveau d'écrouissage (Figure 2-45).

Cependant un écrouissage excessif semble prévenir toute CSC lors d'essais de traction lente (vitesse de déplacement de  $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) à 360°C pour une réduction d'épaisseur de 89% par laminage menant à une dureté de 380 HV à cœur. De même, une éprouvette écrouie par fraisage menant à une dureté en surface de 400 HV n'a pas fissuré dans des conditions similaires (Raquet 2005).



\* Cold-worked layer has a total depth of 250  $\mu\text{m}$

Figure 2-45 : Compilation de résultats de propagation par CSC des aciers inoxydables du CEA (Raquet 2005) avec Castano (Castano 2003) et Shoji (Shoji 2003)

Toutefois, il ne faut pas considérer l'écrouissage seul mais il faut également prendre en compte la nature des sollicitations mécaniques pendant l'essai de CSC. Par exemple, un écrouissage introduisant des contraintes résiduelles de compression suivi par des sollicitations appropriées en traction durant l'essai de CSC favorise grandement la sensibilité à la CSC. Une modification en milieu primaire de REP du chemin de déformation entre l'écrouissage et la direction de sollicitation mécanique lors des essais de CSC est requise pour sensibiliser à la CSC les aciers inoxydables austénitiques. Les éprouvettes pré-écrouies par fatigue ou par grenaillage présentent une forte sensibilité à la CSC lors des essais de traction lente. Ces deux types d'écrouissage introduisent des contraintes résiduelles de compression qui sont considérées comme un facteur majeur de sensibilisation à la CSC à cause du trajet de déformation conduisant à des incompatibilités de déformation. Cependant l'écrouissage par fatigue ou par grenaillage mène principalement à des fissures intragranulaires. Raquet (Raquet 2005) observe l'augmentation de la dureté initiale en surface avec l'augmentation de la fraction de fissures intragranulaires (Figure 2-46, Figure 2-47).

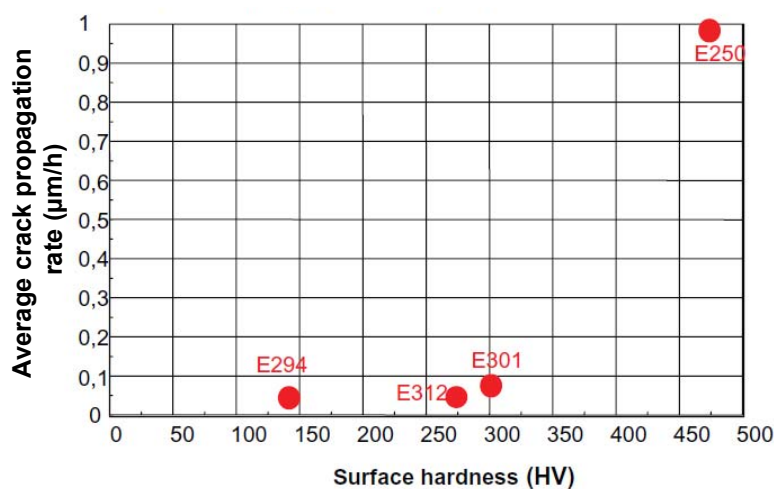


Figure 2-46 : Evolution de la vitesse moyenne de propagation des fissures de CSC selon la dureté initiale en surface - Acier 304L écroui par grenaillage, essai de traction lente  $1.5 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ , 360°C (Raquet 2005)

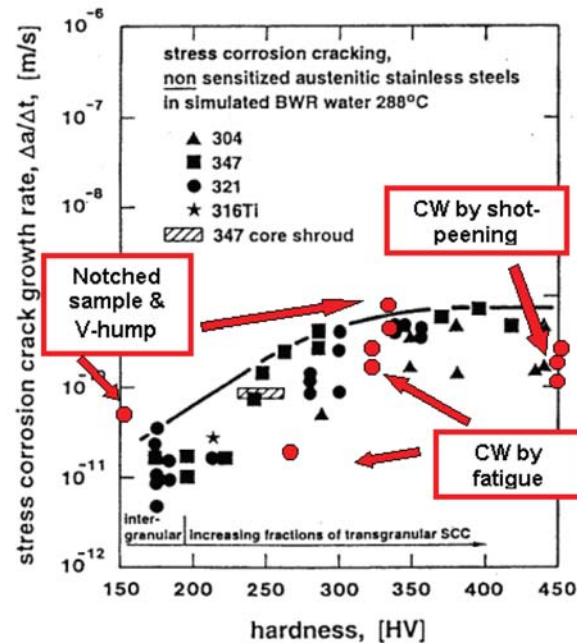


Figure 2-47 : Evolution de la vitesse de propagation et de la morphologie des fissures de CSC en fonction de la dureté en surface (avant essai de CSC) et de la méthode d'érouissage, aciers inoxydables en milieu primaire. Comparaison avec des résultats en milieu REB (Raquet 2005)

L'érouissage doit donc s'interpréter en tenant compte de l'histoire du trajet de chargement et non comme une grandeur scalaire équivalente associée à un taux de déformation macroscopique. Il affecte la vitesse de propagation ainsi que la morphologie des fissures de CSC. Ainsi une pré-déformation par laminage ou par traction ne sont pas équivalentes. Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) compare les cinétiques de propagation pour un acier 304L à l'état tractionné 36% (soit une déformation vraie égale à 0,31, triangle rouge sur la Figure 2-48), et laminé 40% (soit une déformation généralisée égale à 0,60, carré bleu sur la Figure 2-48) soumis à un chargement cyclique de forme trapèze ( $R = K_{\max}/K_{\min} = 0.7$  et  $T_m = 1h$ ). Pour une valeur de  $K$  moyen comparable (Tableau 2-6), les cinétiques de propagation sont voisines, alors que le pré-érouissage était plus important dans le cas de l'acier 304L laminé. Par contre, les morphologies des fissures obtenues sont différentes : l'acier 304L laminé présente de nombreuses délaminations sur son front intragranulaire alors que l'acier 304L tractionné présente un front intergranulaire quasi uniforme. On notera que la propagation sous chargement constante a été observé pour un acier 316L éroui par laminage L(40%) ( $K = 40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ ) mais pas pour un acier 304L L(40%) soumis à un chargement comparable (Tableau 2-6).

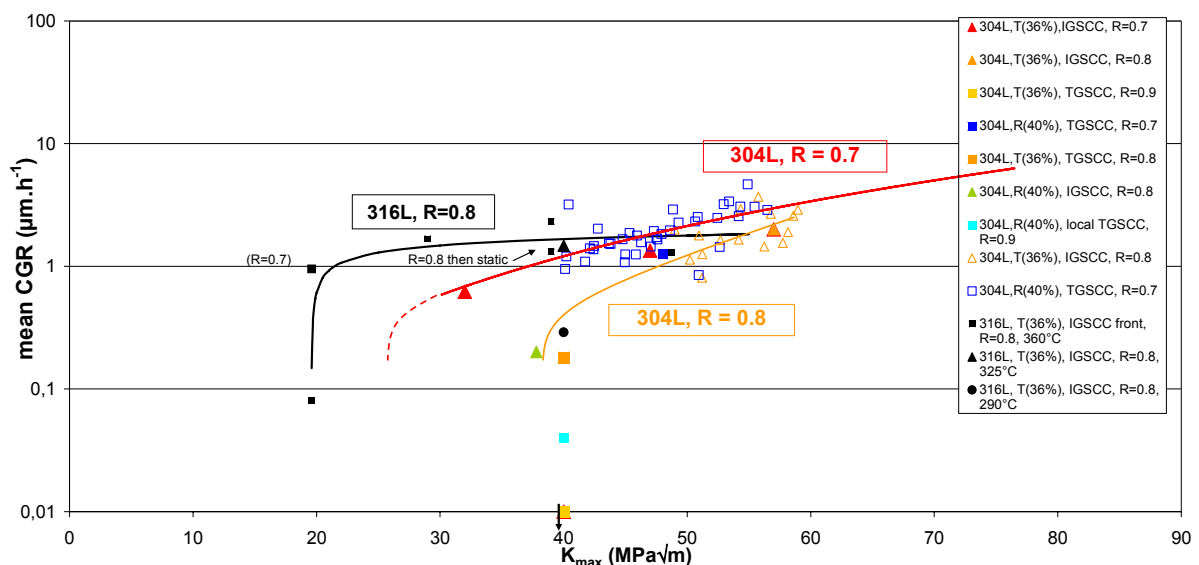


Figure 2-48 : Evolution de vitesse de propagation en fonction de  $K_{\max}$ . Chargement trapèze (Tribouilloy 2007a), (Vaillant, 2009), (Vaillant, 2011)



**Tableau 2-6 : Cinétique de propagation des aciers 304L, 316L A et 316L B**  
**EDF : (Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009) et CEA : (Guerre 2005), (Guerre 2007)**

Laboratoire	Caractéristiques		T(°C)	Durée (h)	K <sub>final</sub> (MPa.√m)	da <sub>moy</sub> /dt (μm.h <sup>-1</sup> )
EDF	304L T(36%)	R = 0,8, T <sub>m</sub> = 57 min	360	550	40	0,18
EDF	304L T(36%)	R = 0,8, T <sub>m</sub> = 57 min	360	1874	50	0,75
EDF	316L A T(36%)	R = 0,8, T <sub>m</sub> = 57 min	360	3065	38	1,68
CEA	316L B L(40%)	Charge constante	325	4024	19,6	1,7
EDF	304L L(40%)	Charge constante	360	3500	40	Pas de CSC
EDF	304L L(40%)	R = 0,8, T <sub>m</sub> = 57 min	360	1057	41	0,2

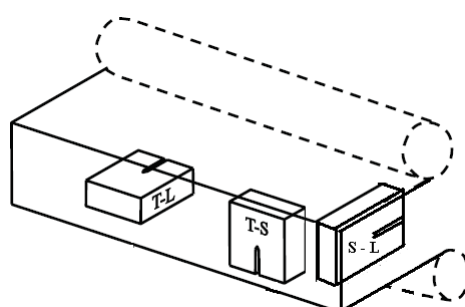
T : Pré-déformation par traction                      L : Pré-déformation par laminage

Ainsi le taux d'écrouissage n'est pas l'unique facteur responsable de la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP. Pour un niveau d'écrouissage donné, la sensibilité à la fissuration dépend fortement du chemin de déformation introduit par le procédé d'écrouissage et / ou le prélèvement des éprouvettes de CSC.

### 2.3.5.3. Chargement mécanique

#### 2.3.5.3.1. Sens de prélèvement

Les éprouvettes CT sont des éprouvettes dédiées à l'étude de la propagation de fissure. Elles sont pré-fissurées par fatigue. Trois directions de prélèvement sont possibles TL, TS, LS (Figure 2-49). Selon le choix du prélèvement, le plan de propagation de la fissure de CSC sera différent. Pour les prélèvements SL et TL, la fissure de CSC se propagera parallèlement à la direction de pré-déformation. Au contraire, pour l'orientation TS, la fissure se propagera perpendiculairement à la direction de laminage.



**Figure 2-49 : Directions de prélèvement des éprouvettes CT dans une tôle laminée (Tribouilloy 2007a)**

Arioka (Arioka 2007) observe sur un acier de type 316 laminé à température ambiante jusqu'à 20% de réduction d'épaisseur, que la vitesse de propagation est plus élevée dans la direction TL que dans la direction TS. Par contre, pour les deux orientations TL et TS, la morphologie des fissures de CSC est la même : majoritairement de type intergranulaire.

Tice (Tice 2007) teste trois directions de prélèvement d'éprouvettes CT sur un acier de type 304 écroui par laminage : SL, TS, ou TL. La propagation des fissures de CSC est facilitée si la fissure se propage dans le plan parallèle à la direction de laminage des grains (SL), avec le champ de contrainte maximal perpendiculaire à ce plan. La morphologie des fissures de CSC est alors majoritairement intergranulaire.

Lorsque le prélèvement est réalisé dans le plan TS, le front de fissure est relativement homogène et intragranulaire. Concernant le prélèvement TL, le front de fissuration est très hétérogène, avec de nombreuses fissures intergranulaires en avant du front moyen, ainsi que perpendiculairement au front moyen. Dans ce dernier cas, le suivi de fissure par mesure de potentiel ne permet pas de suivre correctement l'évolution de la profondeur de fissure. La vitesse de propagation est donc délicate à évaluer pendant les différentes phases de l'essai.

Un chargement quasi statique (temps de maintien très long) ou un chargement constant exacerbe l'effet de la direction de prélèvement (Figure 2-50, Figure 2-51). On remarquera que les vitesses de propagation sont plus élevées dans les matériaux non écrouis pour les deux premières conditions de chargement : chargement triangulaire et chargement trapèze à faible temps de maintien (1000 s). Dans ces conditions de chargement, la contribution de la fatigue-corrosion n'est pas négligeable,

comme cela a été expliqué pour les chargements en milieu REB.

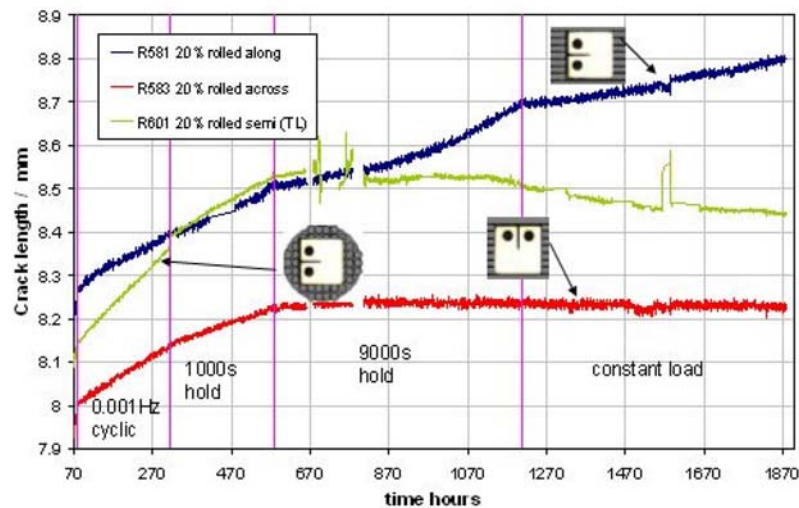


Figure 2-50 : Effet de l'orientation sur la vitesse de propagation d'un acier 304 écroui par laminage unidirectionnel, eau lithiée hydrogénée à 288°C, pH = 10 (Tice 2007)

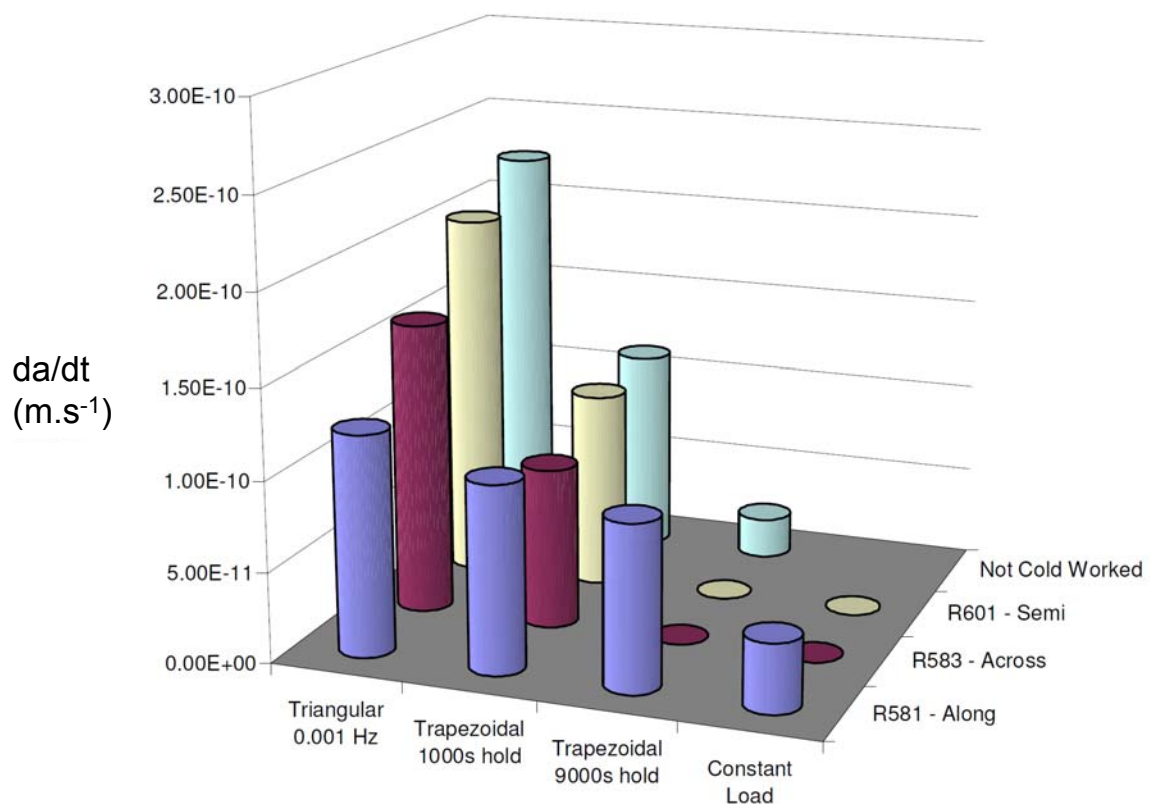


Figure 2-51 : Vitesse de propagation d'un acier 304 écroui par laminage croisé L(20%) en fonction de l'orientation selon différentes conditions de chargement, eau lithiée hydrogénée à 288°C, pH = 10, valeurs normalisées pour  $K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  (Tice 2007)

En conclusion, le prélèvement selon SL est le plus favorable à la propagation des fissures intergranulaires. Les fissures se propagent alors parallèlement à la direction d'allongement des grains. En recoupant les travaux d'Arioka et Tice, les vitesses de propagation augmentent avec un prélèvement selon TS, TL et enfin SL. Il est donc nécessaire de se doter d'un paramètre qui intégrera les directions de chargement successives.

### 2.3.5.3.2. Chemin de déformation

Schmitt (Schmitt 1994) définit le scalaire  $\beta$  pour décrire l'effet du trajet de chargement.

$$\beta = \frac{\varepsilon_1 : \varepsilon_2}{\|\varepsilon_1\| \cdot \|\varepsilon_2\|} \quad 2-13$$

avec  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  les déformations successives.

Ce scalaire est utilisé pour comparer différentes séquences de chargement.  $\beta$  est un paramètre facile à calculer dans le cas de deux étapes successives de déformation. Il se calcule alors comme le produit scalaire de deux tenseurs correspondant à la pré-déformation et à la déformation.

Le travail de Schmitt repose sur l'hypothèse que, pour une quantité donnée de pré-déformation, la contrainte atteinte lors de la remise en charge est une fonction de l'angle de changement de direction de déformation. La valeur de  $\beta$  est normalisée par le produit des normes des deux tenseurs de pré-déformation et de déformation. Elle n'intègre pas la quantité d'écrouissage introduite dans le matériau. Or comme nous l'avons vu précédemment, la quantité d'écrouissage influe fortement sur la sensibilité du matériau à la CSC. Pour comparer différents niveaux d'écrouissage, Herms (Herms 2009b) propose d'utiliser le paramètre  $\sigma/R'p_{0.2}$  (contrainte appliquée divisée par la limite d'écoulement à l'ambiante du matériau écroui).

Léonard (Léonard 2010) a calculé la valeur de  $\beta$  en fonction de l'angle entre les différentes sollicitations uniaxiales successives (Figure 2-52 et Figure 2-53).

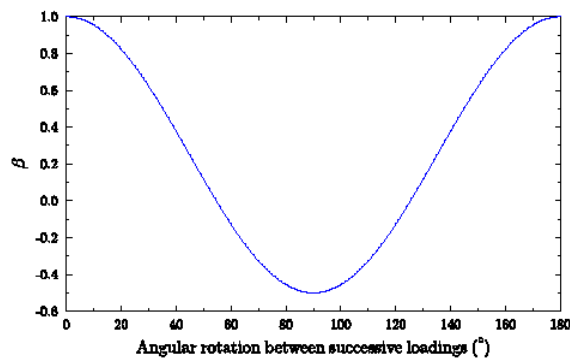


Figure 2-52 : Valeurs de  $\beta$  en fonction de l'angle entre deux directions successives de déformation (Léonard 2010)

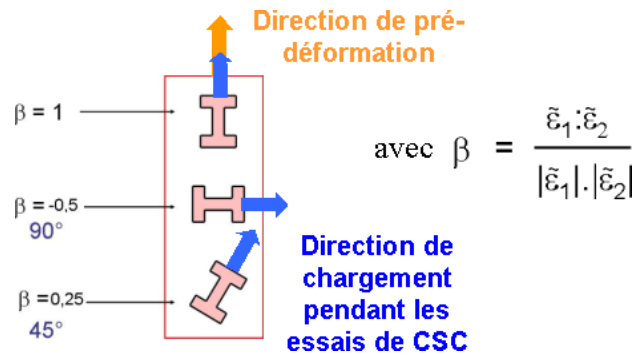


Figure 2-53 : Schéma de prélèvement d'éprouvettes pour trois valeurs de  $\beta$  (Couvant 2004b)

Couvant (Couvant 2004b) montre que le chemin de déformation a un effet primordial sur la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques et sur la morphologie des fissures de CSC. Un trajet de déformation complexe ( $\beta \neq 1$ ) est plus sévère qu'un trajet monotone ( $\beta = 1$ ) et est favorable à la propagation intergranulaire des fissures de CSC tandis qu'un trajet de déformation monotone conduit principalement à des fissures de CSC intragranulaires (Figure 2-54).



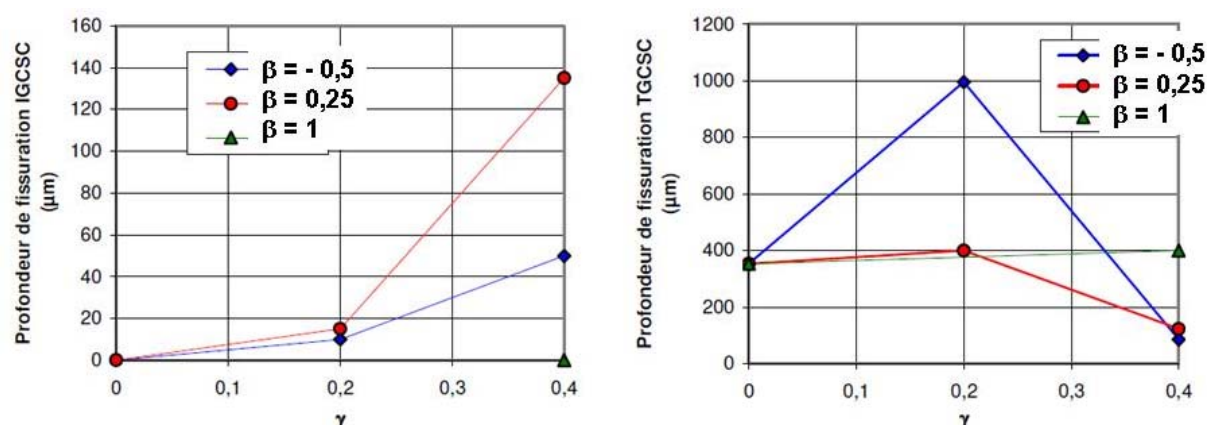


Figure 2-54 : Profondeur des fissures inter - (IGSCC) et intragranulaires (TGSCC) pour deux trajets de déformation complexes ( $\beta = -0,5$  et  $\beta = 0,25$ ) et un trajet monotone ( $\beta = 1$ ) en fonction de la déformation par cisaillement ( $\gamma$ ) (Couvant 2004b)

### 2.3.5.3.3. Facteur d'intensité des contraintes

Les résultats des essais de propagation sous charge constante d'Andresen (Andresen 2003) et Arioka (Arioka 2007) mettent en évidence l'augmentation de la vitesse de propagation avec le facteur d'intensité des contraintes (Figure 2-55). Les dépendances observées de la vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité des contraintes sont cohérentes malgré des milieux d'exposition différents (milieu Hydrogen Water Chemistry pour Andresen, milieu REP pour Arioka).

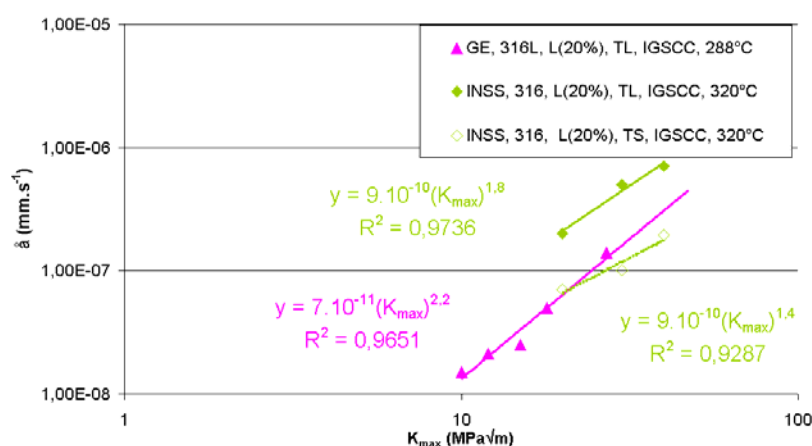


Figure 2-55 : Influence du facteur d'intensité des contraintes sur la vitesse de propagation intergranulaire sous charge constante d'aciers inoxydables austénitiques en milieu REP (Tribouilloy 2007a)

Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) étudie l'effet de la valeur de  $K_{max}$  pour différents cycles « trapèze » (Figure 2-48). Ces résultats complétés par Vaillant (Vaillant 2009), (Vaillant 2011) tendent à montrer qu'il existe une valeur seuil au-delà de laquelle les aciers inoxydables austénitiques fissurent rapidement. La vitesse de propagation augmente d'abord très rapidement avec la valeur de  $K_{max}$  puis sature plus ou moins rapidement suivant le matériau et les paramètres du cycle appliqué. L'influence du chargement sera détaillée ultérieurement.

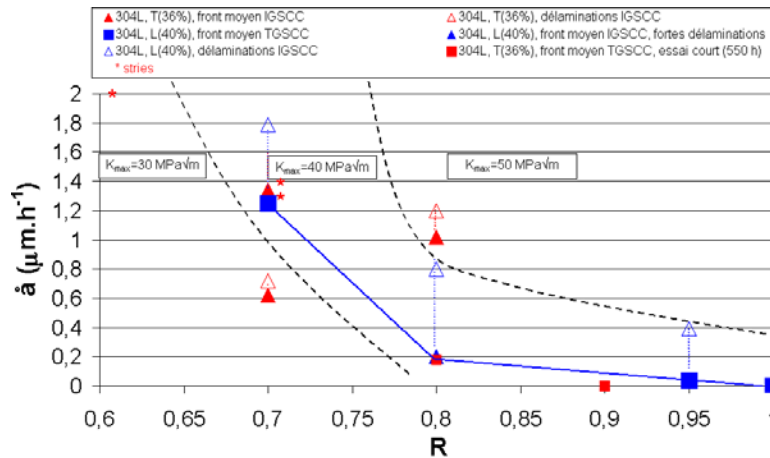
### 2.3.5.3.4. Chargement trapèze

Tout comme pour le cas du milieu REB, l'expérience montre que la sensibilité à la CSC est accrue sous chargement dynamique, quand celui-ci ne s'avère pas tout simplement nécessaire à la propagation des fissures de CSC. Les essais de traction lente sont ainsi des essais très sévères mécaniquement. Ils sont particulièrement utiles pour comparer la sensibilité à la CSC de différents produits. Un chargement cyclique de forme trapèze à faible fréquence permet de se rapprocher des conditions statiques, tout en permettant la propagation des fissures de CSC en un temps raisonnable.

Une étude paramétrique de la propagation des fissures de CSC sous chargement trapèze a été réalisée par Tribouilloy et Vaillant (Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009). Cette étude a permis d'identifier

les effets du rapport R et du temps de maintien.

### Effet de l'amplitude des déchargements partiels R



**Figure 2-56 : Effet du rapport R sur la vitesse de propagation des fissures d'un acier 304L pré-déformé par traction T(36%) ou par laminage (L(40%)) après essai de CSC sous chargement trapèze (R compris entre 0,7 et 1,  $K_{\max}$  = 30, 40 ou 50 MPa. $\sqrt{m}$ ) à 360°C (Tribouilloy 2007a)**

Le choix du rapport R est crucial dans la mesure où une trop grande amplitude de déchargement sollicitera le matériau étudié en fatigue (éventuellement en fatigue corrosion) et non en CSC. Toutefois, l'interprétation de l'effet du rapport R nécessite de prêter une grande attention aux données expérimentales car la morphologie des fissures de CSC dépend également du trajet de chargement.

Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) étudie l'effet du rapport R sur des matériaux pré-déformés par laminage et par traction (Figure 2-56). Pour R compris entre 0,7 et 0,95, le front de fissure du matériau pré-déformé par traction est majoritairement intergranulaire alors qu'il est majoritairement intragranulaire pour les matériaux pré-déformés par laminage.

Examinons maintenant l'effet du rapport R. Pour un acier 304L pré-déformé par laminage L(40%) Tribouilloy observe pour R = 0,7 des stries de fatigue sur les faciès de rupture. Le front intragranulaire est irrégulier et présente de nombreuses délaminations perpendiculaires au front de propagation qui rendent difficile l'estimation de la vitesse de propagation. Pour R = 0,8, le front moyen observé est intergranulaire, des délaminations intergranulaires sont également présentes. Pour R ≥ 0,9 la fissure principale est intragranulaire mais des fissures secondaires intergranulaires sont observées. La valeur R = 1 correspond à un essai de charge constante, pour lequel aucune propagation n'a été observée en 2000 h sur un acier 304L laminé jusqu'à une réduction d'épaisseur de 40%. Pour les aciers 304L et 316L pré-déformés par traction T(36%), des fissures majoritairement intergranulaires sont également observées pour R = 0,8. La valeur de R = 0,8 est donc la plus adaptée à l'étude de la propagation des fissures intergranulaires sous chargement trapèze.

### Temps de maintien

Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) montre que, quand le temps de maintien augmente de 1 h à 10 h, le temps d'amorçage des fissures de CSC augmente. Au contraire, la vitesse de propagation, calculée sur la durée réelle de la phase de propagation, est indépendante du temps de maintien. C'est pourquoi on considérera que le mécanisme de propagation des fissures de CSC dépend de la durée d'essai et non du nombre de cycles. La démonstration est faite grâce à un essai sur éprouvette CT (304L, T(36%),  $\beta = -0,5$ ), soumise à un chargement cyclique « trapèze inverse » (R = 0,8,  $K_{\max} = 50$  MPa. $\sqrt{m}$ ,  $T_m = 57$  min, trait rouge sur la Figure 2-57). Le résultat est comparé à celui d'un essai sur le même matériau, pré-déformé dans les mêmes conditions et soumis à un chargement cyclique trapèze tel que présenté par un trait noir sur la Figure 2-57, avec  $K_{\max} = 50$  MPa. $\sqrt{m}$ .

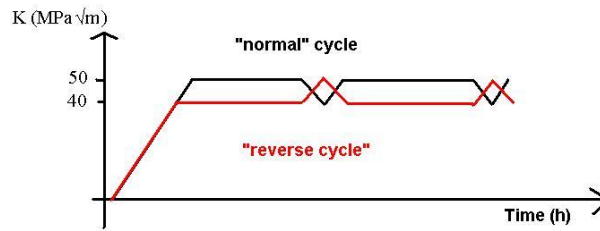


Figure 2-57 : Chargement cyclique trapèze (noir) et trapèze inverse (rouge)

La propagation est très limitée dans le cas du chargement trapèze inverse (100  $\mu\text{m}$ ) comparée au cas du chargement trapèze (1400  $\mu\text{m}$ ). Tribouilloy en conclut que la propagation se produit pendant la phase de chargement du cycle trapèze.

#### 2.3.5.3.5. Effet du mode de chargement

##### Description des effets observés

La propagation des fissures de CSC est facilitée sous chargement cyclique par rapport à un chargement statique. Cela s'explique par une vitesse de déformation en pointe de fissure vraisemblablement très lente sous charge constante.

Ainsi Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) compare chargement constant ( $K = 40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ) et chargement trapèze ( $K_{\text{max}} = 40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  et  $R = 0,7$ ,  $T_m = 57 \text{ min}$ ). Les essais de propagation sont réalisés sur un acier 304L laminé jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur durant 3500 h. Les éprouvettes CT sont prélevées dans la direction TL. Tribouilloy n'observe aucune propagation par CSC sous chargement constant alors que sous chargement trapèze, un front intragranulaire est observé avec de nombreuses ramifications intergranulaires.

Sous chargement statique ( $K = 50 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ), Tribouilloy n'observe aucune propagation de fissure de CSC en 2000 h sur des éprouvettes CT (prélèvement TL) prélevées dans un acier 316L pré-déformé par traction jusqu'à elongation de 36% (soit une déformation vraie égale à 0,31). Par contre, sous chargement trapèze ( $K_{\text{max}} = 40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,8$ ,  $T_m = 57 \text{ minutes}$ ), la propagation de fissures de CSC mixtes est avérée. Vaillant (Vaillant 2011) montre que la propagation est maintenue ( $1,3 \mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$ ) sous charge constante ( $K = 50 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ) pour le même acier 316L pré-déformé par traction T(36%) une fois qu'elle a débuté sous chargement trapèze ( $R = 0,8$ ,  $T_m = 57 \text{ min}$ ).

La propagation est facilitée sous chargement cyclique mais il a été démontré qu'elle est possible sous chargement statique. Le CEA et l'INSS ont, entre autres, confirmé la possibilité de propager des fissures de CSC pour des durées et / ou des chargements raisonnables :

- 1800 h sous  $K = 28,8 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  à  $325^\circ\text{C}$  pour un acier 316L laminé jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur pour (Guerre 2005).
- sous  $K = 30 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  à  $320^\circ\text{C}$  pour des aciers 304 et 316 laminés jusqu'à 20% de réduction d'épaisseur (Figure 2-33b), (Arioka 2005). Les valeurs élevées des vitesses de propagation s'expliquent par la sensibilisation des matériaux avant écrouissage.
- Tice observe la propagation des fissures de CSC sous charge constante pour les orientations SL ou ST après des séquences de chargement cycliques et une pré-déformation par laminage croisé (Figure 2-51), (Tice 2007).

D'après Arioka, la sensibilité d'un acier inoxydable à la CSC serait liée à sa capacité à fluer à la température de l'essai.

##### Vitesse de déformation et vitesse de fluage

Les modèles basés sur la vitesse de déformation (Paragraphe 2.3.3.1) en pointe de fissure présentent l'avantage de fournir une explication pertinente à la faible sensibilité à la CSC en milieu primaire de REP des aciers inoxydables austénitiques sous charge constante. En effet, la vitesse de déformation en pointe de fissure est corrélée à la vitesse de fluage qui est très faible dans la gamme de température  $[300 : 400]^\circ\text{C}$ . Arioka (Arioka 2005) note que l'écrouissage pourrait augmenter la vitesse de fluage (Figure 2-58). En effet, il observe, pour des températures entre  $400^\circ\text{C}$  et  $450^\circ\text{C}$ , une augmentation de la vitesse de fluage secondaire dans l'air pour l'acier 316 écroui par laminage jusqu'à une réduction d'épaisseur de 20% par rapport à l'acier à l'état de réception. Il en conclut que l'écrouissage facilite le glissement intergranulaire. Toutefois l'interprétation de l'effet de l'écrouissage

sur le fluage ne fait pas l'unanimité. En effet le fluage ne se fait pas forcément par glissement intergranulaire. Dans la gamme de température étudiée, un mécanisme de fluage-dislocation est vraisemblable. De plus, à haute température, il y a compétition entre déformation intergranulaire et intragranulaire. Plus la température est basse, plus la déformation se fera préférentiellement en volume.

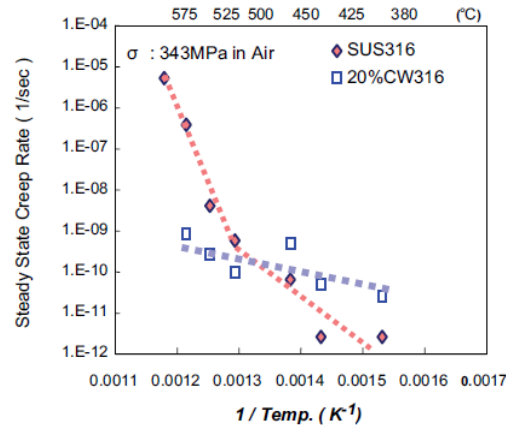


Figure 2-58 : Effet de l'écroutissage et de la température sur la vitesse de fluage secondaire dans l'air pour un acier 316 sensibilisé, avec et sans écroutissage par laminage L(20%) sous 343 MPa (Arioka 2005)

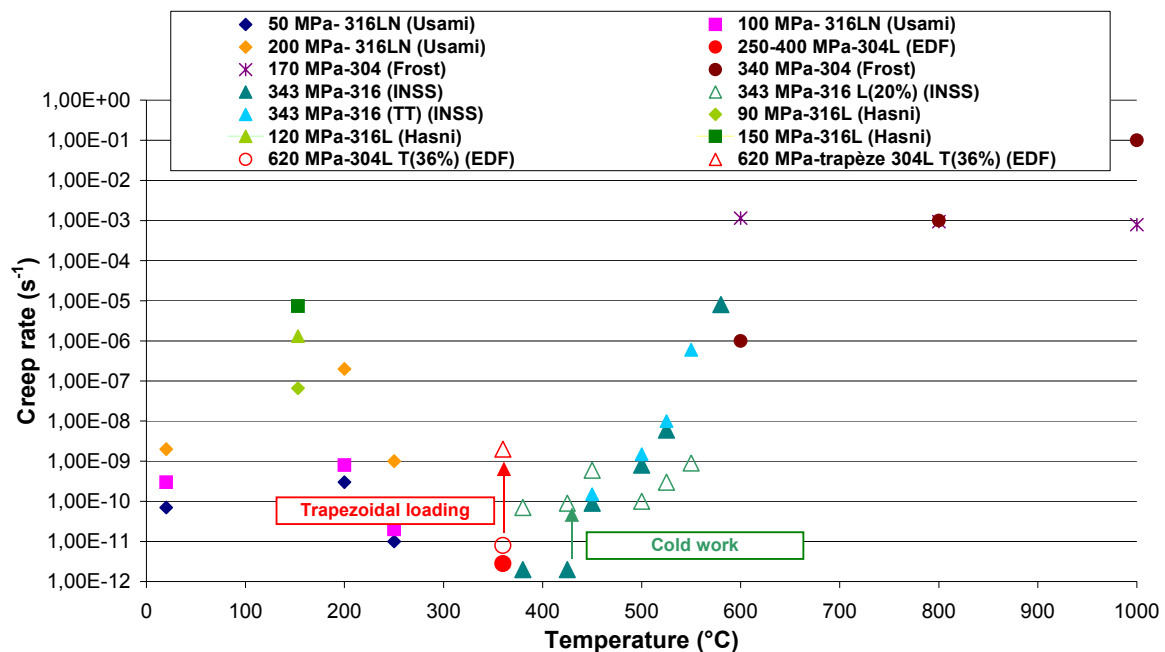
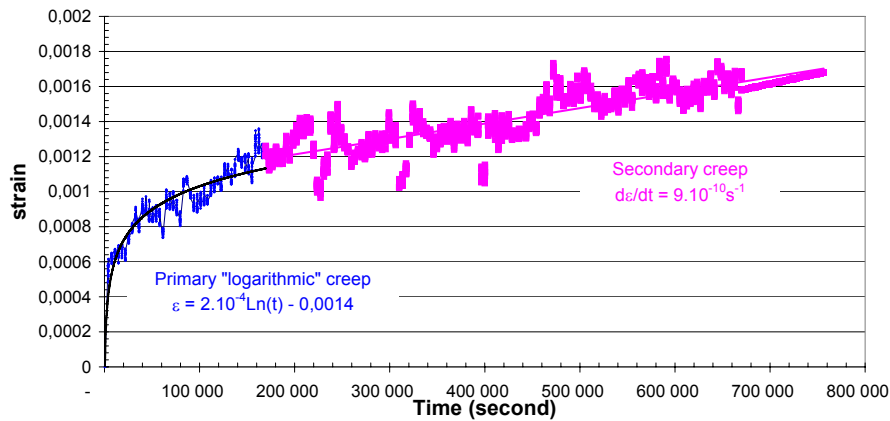


Figure 2-59 : Evolution de la vitesse de fluage avec la température pour les aciers inoxydables austénitiques (Tribouilloy 2007a)

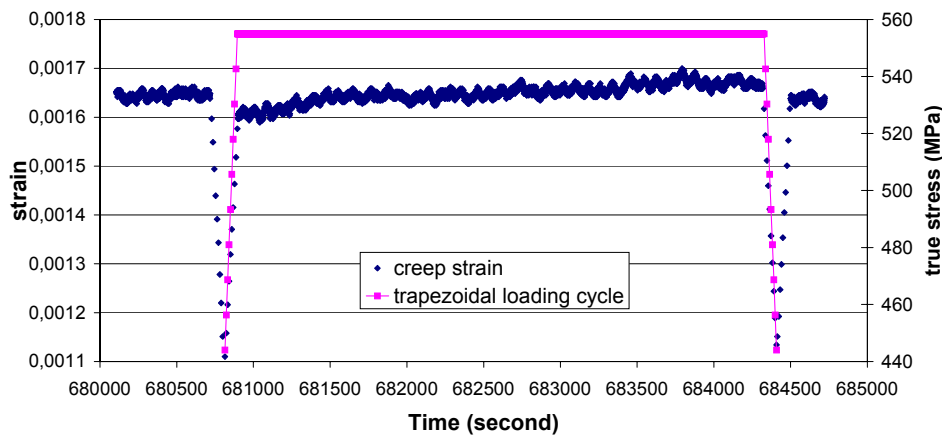
Tribouilloy (Tribouilloy 2007a) caractérise finement le comportement d'un acier 304L pré-déformé par traction de 36% ( $\beta = -0,5$ ,  $\sigma_Y = 596$  MPa) soumis à un chargement cyclique de forme trapèze ( $R = 0,8$ ,  $T_m = 57$  minutes et  $f = 2,8 \cdot 10^{-4}$  Hz) pendant 210 h à 360°C (Figure 2-59). Elle montre que l'application d'un chargement complexe augmente la vitesse de fluage d'un facteur 100. La contrainte maximale imposée pendant le temps de maintien est égale à 555 MPa après la première mise en charge. L'évolution de la déformation est interprétée en termes de fluage dont elle présente les deux évolutions successives (Figure 2-60):

- Un fluage primaire qui suit une évolution logarithmique en fonction du temps :  
 $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-4} \ln(t) + 0,0014$ , avec  $\varepsilon$  la déformation par fluage et  $t$  le temps en s.
- Un fluage secondaire à vitesse de déformation constante :  $\dot{\varepsilon} = 9 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ .

Un examen attentif de l'évolution de la déformation pendant un cycle (durée 1 heure) révèle une légère augmentation de la déformation pendant le temps de maintien (Figure 2-61). Cette augmentation de la déformation est proche de  $5 \cdot 10^{-6}$  par cycle, ce qui conduit à une vitesse de fluage de  $2 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ , soit plus de 100 fois la vitesse de fluage sous chargement statique de 610 MPa. Ce résultat pourrait fournir une explication à la différence de sensibilité de l'acier 304L écroui par traction de 36% et sollicité ensuite en CSC perpendiculairement à la direction de pré-déformation.



**Figure 2-60 : Evolution de la vitesse de fluage en fonction du temps. Acier 304L, pré-écroui par traction à 36%,  $\beta = -0.5$ , chargement cyclique de forme trapèze ( $R = 0,8$ ,  $\sigma_{\max} = 555 \text{ MPa}$ ,  $T_m = 57 \text{ min}$  et  $f = 2,8 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$ ),  $360^\circ\text{C}$  (Tribouilloy 2007a)**



**Figure 2-61 : Evolution de la déformation de fluage durant le 189ᵉ cycle à  $R = 0,8$ ,  $\sigma_{\max} = 555 \text{ MPa}$ ,  $T_m = 57 \text{ min}$  et  $f = 2,8 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$ , à  $360^\circ\text{C}$  (Tribouilloy 2007a)**

Ce résultat pourrait expliquer qu'un chargement cyclique de forme trapèze favorise la CSC par rapport à un chargement statique. Il recoupe également les conclusions d'Arioka sur le rôle de l'écrouissage.

#### 2.3.5.4. Sensibilité à la CSC : à la recherche du paramètre prépondérant

En milieu primaire nominal, la composition chimique de l'acier étudié (via l'EDE), l'écrouissage du matériau et le trajet de déformation sont les trois principaux facteurs conduisant à l'accroissement de la sensibilité à la CSC.

Des données de cinétique de propagation des fissures de CSC sont disponibles à EDF (Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009), (Vaillant 2011) et au CEA (Guerre 2005), (Guerre 2007), pour trois aciers (un acier 304L et deux aciers 316L) dans deux états de pré-déformation (Tableau 2-6) :

- Une pré-déformation par traction jusqu'à un taux d'allongement de 36% puis sollicitation en milieu primaire avec un changement de direction de sollicitation de  $90^\circ$ . On notera ce chemin de déformation T(36%).
- Une pré-déformation par laminage jusqu'à un taux de réduction d'épaisseur de 40% puis sollicitation en milieu avec un changement de direction de sollicitation de  $90^\circ$ . On notera ce chemin de déformation L(40%).

Les compositions chimiques des trois aciers étudiés sont conformes aux spécifications RCCM. La différence principale entre les nuances 304L et 316L concerne la teneur en molybdène, élément favorisant la stabilisation de l'austénite. L'acier 316L B a une teneur en carbone plus faible que les deux autres aciers 304L et 316L A. Il se caractérise également par des teneurs en nickel et en chrome dans la limite basse des spécifications.

Il s'avère que l'acier 316L B L( 40%) est beaucoup plus sensible que l'acier 316L A T(36%) : les cinétiques de propagation mesurées sont comparables alors que l'acier 316L B(40%) est soumis à un chargement moins sévère ( $K_{max}$  deux fois plus faible et charge constante). L'acier 304L à l'état L(40%) et T(36%) semble être le matériau le moins sensible à la CSC. Ces données obtenues en propagation suggèrent un fort effet matériau sur la sensibilité à la CSC, indépendamment du niveau et du mode de pré-déformation.

### 2.3.6. Amorçage : Paramètres influents en milieu primaire de REP

Il n'existe à ce jour que peu d'études sur l'amorçage de la CSC pour les aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire nominal de REP, du fait qu'une partie des efforts dédiés à l'amorçage se concentre sur les effets des pollutions du milieu primaire (Couvant 2007b). Dans le cadre de la présente étude, nous nous focaliserons sur le milieu primaire nominal (hors pollution). L'essentiel des données présentées dans cette partie provient des publications d'Herms (Herms 2008), (Herms 2009a) (Herms 2009b), (Herms 2010), (Rousseau 2011), (Herms 2011a), (Herms 2011b) sur l'amorçage de la CSC de l'acier 316L B pré-déformé par laminage, sauf exception, jusqu'à un taux de réduction d'épaisseur de 40% (Annexe A-1).

#### 2.3.6.1. Ecouissage

##### 2.3.6.1.1. Condition nécessaire

Couvant (Couvant 2004a) détermine, au moyen d'essais interrompus de type traction lente, un seuil de dureté pour l'amorçage vrai des fissures de CSC égal à 240 HV<sub>0.1</sub> pour le 304L, condition nécessaire mais non suffisante. On rappelle que l'amorçage vrai correspond à l'apparition d'un défaut. Pour étudier l'amorçage vrai, il est nécessaire de limiter autant que possible la propagation lente des amorces. Une profondeur seuil d'un micromètre paraît raisonnable. En deçà, les défauts sont difficilement observables et identifiables. De façon théorique, pour une dureté de 240 HV<sub>0.1</sub>, des profondeurs inférieures, voire très inférieures au micromètre sont envisageables. Le seuil de dureté se traduit pour l'acier 304L par un seuil de contrainte macroscopique de 430 MPa nécessaire pour l'amorçage vrai des fissures de CSC en traction lente. Toujours pour un acier de type 304L, ce seuil correspond à une déformation vraie de 10%. La transition entre propagation lente et rapide est observée sur le même acier 304L pour une profondeur de défaut critique de 50  $\mu$ m, associée à une dureté de 310 HV<sub>0.1</sub>, une pré-déformation de 0,23 et une contrainte de 650 à 700 MPa (Figure 2-43).

##### 2.3.6.1.2. Procédés d'écrouissage et morphologie des fissures

Herms (Herms 2009b) étudie l'amorçage sur l'acier 316L B écroui par laminage jusqu'à un taux de réduction d'épaisseur de 40% (dureté moyenne = 380 HV). Il observe que l'amorçage des fissures de CSC, obtenues sous chargement constant ou sous chargement cyclique de forme trapèze ( $R = 0,85$ ,  $T_m = 2500$  s,  $f = 3.10^{-4}$  s<sup>-1</sup>), débute de façon intragranulaire avant d'adopter un chemin de fissuration intergranulaire (Figure 2-62). Le changement de morphologie des fissures coïncide avec la transition propagation lente / propagation rapide. Lorsque le même matériau est pré-déformé par fatigue sous air puis sollicité suivant le même axe en milieu primaire, la morphologie des fissures de CSC est intragranulaire. Par contre, Couvant (Couvant 2009) observe un amorçage principalement intergranulaire après essais de traction très lente (entre  $10^{-9}$  et  $10^{-7}$  s<sup>-1</sup>) sur des aciers 304L et 316L, dans le cas d'un trajet de déformation complexe ( $\beta = -0,5$ , pré-déformation < 0,2 puis déformation modérée en milieu primaire).



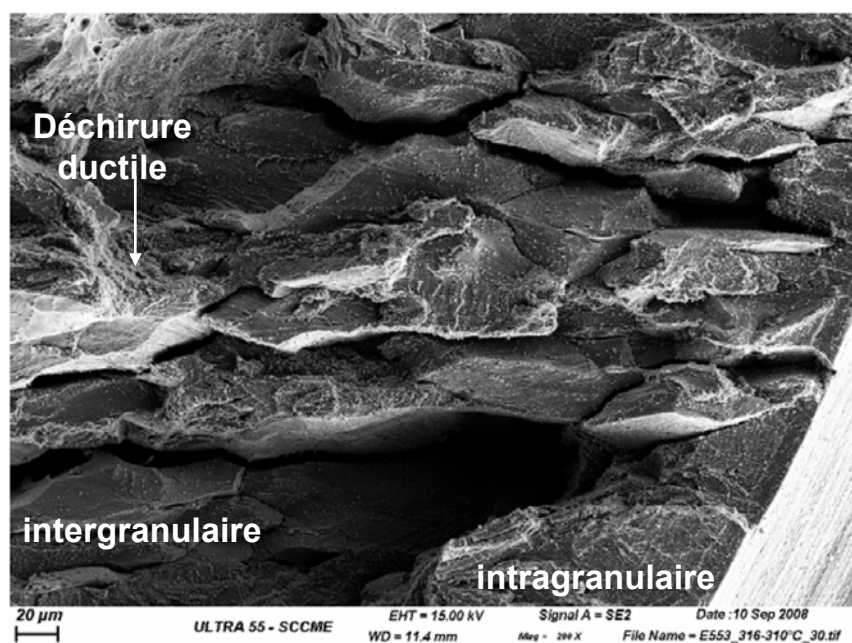


Figure 2-62 : Observation du faciès de rupture après essai en milieu primaire. Détail montrant la transition du mode intragranulaire au mode intergranulaire. Acier 316L B, L(40%). Essai cyclique,  $\sigma_{\max} = 1460$  MPa, 310°C, 3150 h (Hermes 2009b)

### 2.3.6.1.3. Chemin de déformation

Couvant (Couvant 2009) étudie l'effet du trajet de chargement sur des éprouvettes dites « en croix » en acier inoxydable austénitique 304L ou 316L (Figure 2-63). Sur la partie centrale des éprouvettes, une grille d'or est déposée pour suivre l'évolution de la déformation. Ces éprouvettes sont pré-déformées par traction dans une direction puis sollicitées en milieu primaire simulé en traction lente (vitesse de déformation imposée dans la gamme  $[10^{-9} : 10^{-7}]$  s<sup>-1</sup>) dans une direction perpendiculaire à celle de la pré-déformation. Le trajet de chargement est caractérisé par une valeur de  $\beta$  de -0,5. En effet un trajet de déformation complexe ( $\beta \neq 1$ ) est plus sévère qu'un trajet monotone ( $\beta = 1$ ) et est favorable à la propagation intergranulaire des fissures de CSC. Couvant (Couvant 2004a) montre qu'un amorçage intergranulaire significatif est obtenu lorsque la déformation lors du deuxième chargement en traction très lente est faible à modérée (0,006 à 0,2) et pour des pré-déformations en traction plutôt faibles, comprises entre 0,04 et 0,17 (Couvant 2009) (Tableau 2-7).

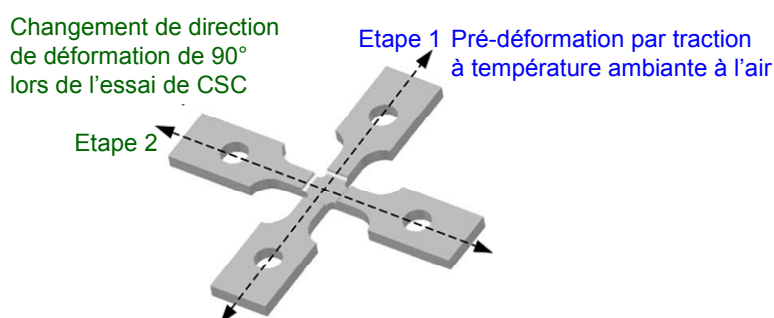


Figure 2-63 : Epreuve en croix et directions de sollicitation successives utilisées pour l'étude de l'influence du trajet de déformation sur la CSC (Couvant 2009)

**Tableau 2-7 : Résultats des essais de traction lente et de déformation imposée à 360°C (Couvant 2008)**

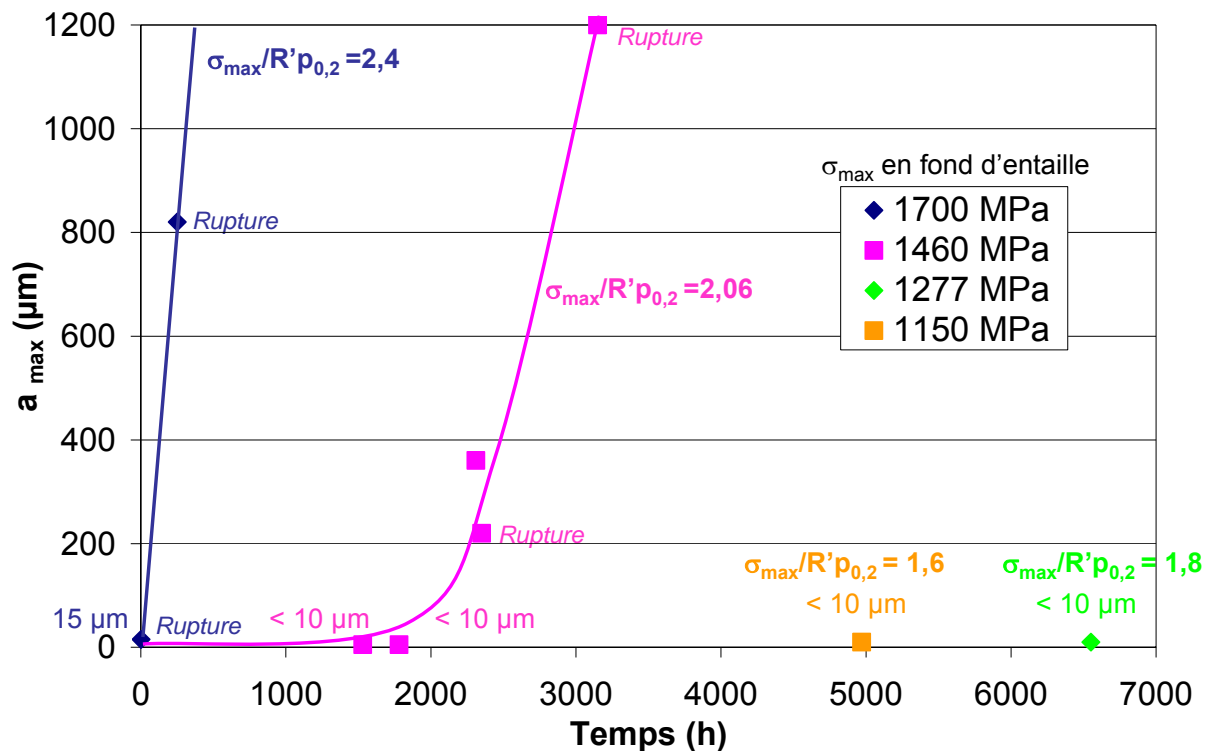
Matériaux	Eprouvette	Pré-déformation moyenne $E_{xx}$	Durée (h)	Déformation moyenne $E_{yy}$	Vitesse de déformation moyenne $dE_{yy}/dt$ ( $s^{-1}$ )	Résultats
<b>316L</b>	1594-T217-01	0,066	720	0,022	$8,5 \cdot 10^{-9}$	Amorçage IGSCC
	1594-T217-02	0,04	1606	0,27	$4,7 \cdot 10^{-8}$	Amorçage IGSCC significatif + TGSCC
	1594-T217-10	0,06	577	0,001	$6,7 \cdot 10^{-10}$	Pas d'amorçage observé au MEB
	1594-T217-08	0,147	1298	-	0	Amorçage IGSCC
	1594-T217-07	0,09	4006	0	0	Pas de déformation plastique observée après la deuxième mise en charge. Pas d'amorçage
<b>304L</b>	1594-T112-02	0,12	1400	Jusqu'à rupture	-	Interruption après 270h d'essai. Amorçage IGSCC puis propagation TGSCC
	1594-T112-08	0,17	430	0,006	$3,9 \cdot 10^{-9}$	Amorçage IGSCC significatif + TGSCC
	1594-T112-07	0,1	313	0,11	$9,8 \cdot 10^{-8}$	Amorçage IGSCC significatif + TGSCC
	1594-T112-06	0,07	519	0,04	$2,1 \cdot 10^{-8}$	Amorçage IGSCC significatif + TGSCC
	1594-T112-03	0,111	1864	<0,010	0	Précurseurs d'un amorçage IGSCC

Couvant établit une corrélation entre l'amorçage des fissures de CSC et la localisation de la déformation due au micromaclage et aux incompatibilités de déformation.

### 2.3.6.2. Effet du chargement appliqué

Herms étudie l'amorçage des fissures de CSC sur un acier 316L B à l'état L(40%). Les essais sont réalisés sur éprouvettes axisymétriques entaillées (entaille périphérique en forme de V) soumises à un chargement de forme trapèze ( $R = 0,85$ ,  $f = 3 \cdot 10^{-4}$  Hz) à 340°C. Le taux de triaxialité des contraintes est de 1,2. Trois niveaux de contrainte sont testés : 1700, 1460 et 1227 MPa. Ces valeurs correspondent à la valeur maximale de la contrainte atteinte en avant du fond de l'entaille et calculée par éléments finis avec le code CAST3M par extrapolation d'une courbe de traction. Des amorces, et dans certains cas, des fissures de CSC très significatives sont obtenues sur l'acier 316L B pré-déformé par laminage jusqu'à une réduction d'épaisseur de 40% (Herms 2011a).





**Figure 2-64 : Profondeur maximale de fissuration  $a_{\max}$  obtenue après essais d'amorçage de la CSC sur éprouvettes entaillées. Acier 316L L(40%), chargement trapèze.  $R = 0,85$ ,  $f = 3.10^{-4}$  Hz,  $340^{\circ}\text{C}$  (Herms 2011a)**

Sur la Figure 2-64, ont été reportées, pour les cas où le critère d'amorçage a été atteint, la contrainte maximale appliquée en fond d'entaille et la durée à rupture ou d'arrêt de l'essai. La fissuration à rupture est rapidement obtenue sous un chargement cyclique de forme trapèze, avec une contrainte maximale  $\sigma_{\max}$  atteignant 1700 MPa en fond d'entaille. Lorsque la contrainte maximale est diminuée de 1700 à 1460 MPa, le temps d'amorçage est multiplié par un facteur 10. Si le niveau de chargement est abaissé de 1460 MPa à 1227 MPa, le temps d'amorçage est multiplié par un facteur 3. Des amorces de fissures de CSC peuvent donc être obtenues en un temps raisonnable (<3000 h) en milieu primaire de REP sous chargement cyclique ( $\sigma_{\max} = 1460$  MPa). Des essais réalisés sous  $\sigma_{\max}$  plus faible (1150 MPa) ont donné lieu à l'amorçage de fissures de CSC. Aucun seuil en contrainte n'a pu être mis en évidence. Toutefois lorsque la contrainte appliquée diminue, la durée nécessaire pour atteindre la transition vers la phase de propagation rapide est augmentée de façon significative.

La valeur de la contrainte appliquée affecte donc le temps d'amorçage. Le mode de chargement mécanique (statique vs cyclique) joue également un rôle important (Figure 2-65). Des amorces étant relativement facilement obtenues sous chargement cyclique, des essais sous charge constante ont été réalisés sous 1460 MPa soit la valeur médiane des niveaux de contrainte testés. Un chargement statique permet d'amorcer des fissures de CSC mais en un temps trois fois plus long (Figure 2-65). Ces essais confirment qu'un chargement cyclique augmente la sensibilité à la CSC et diminue le temps d'amorçage.

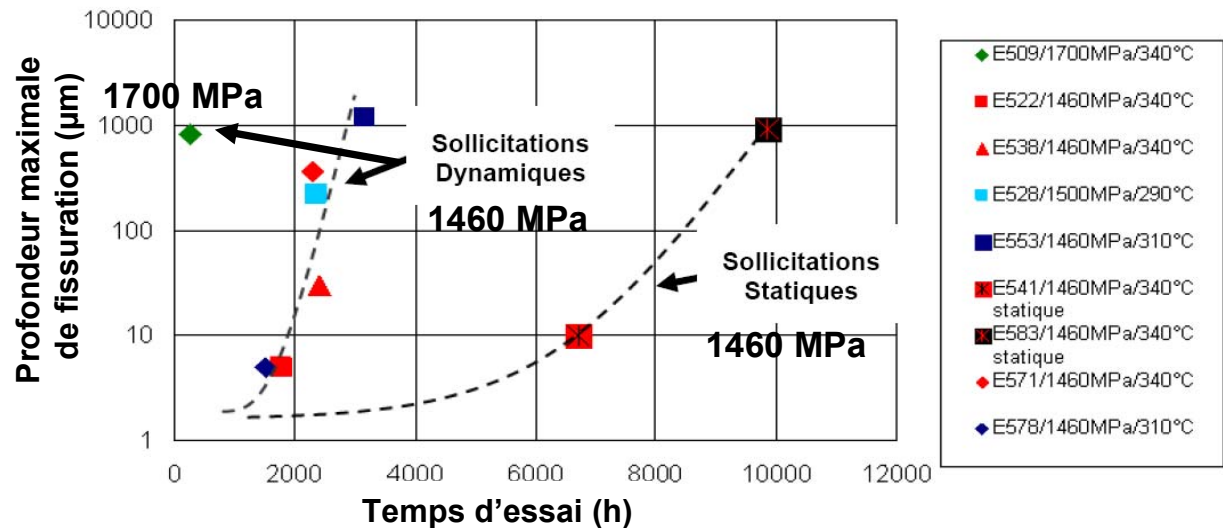


Figure 2-65 : Profondeur maximale de fissuration par CSC sous sollicitations statique et dynamique dans l'acier 316L B pré-écroui par laminage L(40%), en fonction du temps d'essai en milieu primaire et de la température. Essais sur éprouvettes entaillées (Herms 2011a)

Toutefois, l'amorçage vrai, c'est-à-dire l'apparition d'un défaut est, semble-t-il, rapide à obtenir même sous contrainte relativement faible ( $\sigma_{\max} = 1150$  MPa) ou sous charge constante (Figure 2-66). En effet, sous une charge constante de 1460 MPa, des fissures de 5 à 10  $\mu\text{m}$  de profondeur sont observées dès 3000 h d'essai. Par contre, la prolongation de l'essai dans les mêmes conditions ne permet pas de mettre en évidence une évolution du défaut jusqu'à près de 7000 h. Au-delà de 10 000 h, la propagation rapide est atteinte, ce qui permet d'évaluer à environ 10 000 h la durée nécessaire à la transition propagation lente / propagation rapide sous une charge constante de 1460 MPa. La plus grande partie du temps d'amorçage, et par extension du temps à rupture, serait donc due à l'obtention de la transition entre les phases de propagation lente et rapide.

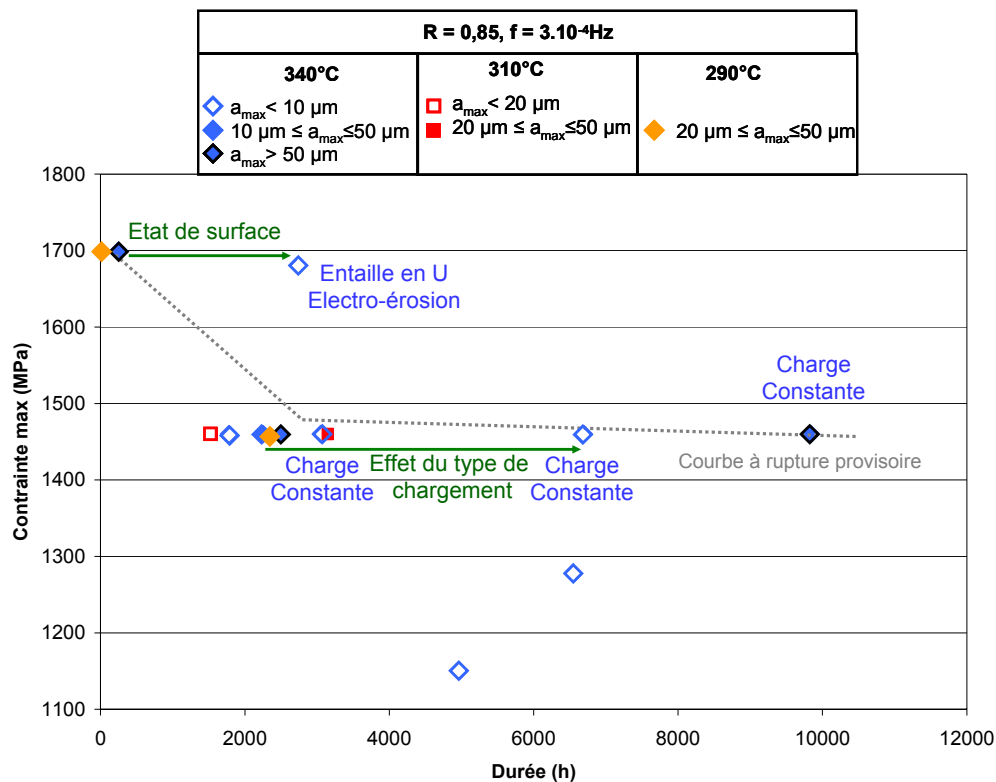


Figure 2-66 : Domaine d'amorçage ( $\sigma_{\max}$ , temps) des fissures de CSC. Effet de l'état de surface et du mode de chargement. Acier 316L B, laminé L(40%), (Herms 2009b), (Herms 2010)

### 2.3.6.3. Température

Les essais sur éprouvettes entaillées soumises à un chargement trapèze ( $R = 0,85$ ,  $f = 3 \cdot 10^{-4}$  Hz) ont été réalisés à 340°C, 310°C et 290°C. Les données présentées Figure 2-67 ne mettent pas en évidence d'effet de la température sur la sensibilité à l'amorçage, du moins dans la gamme de température considérée.

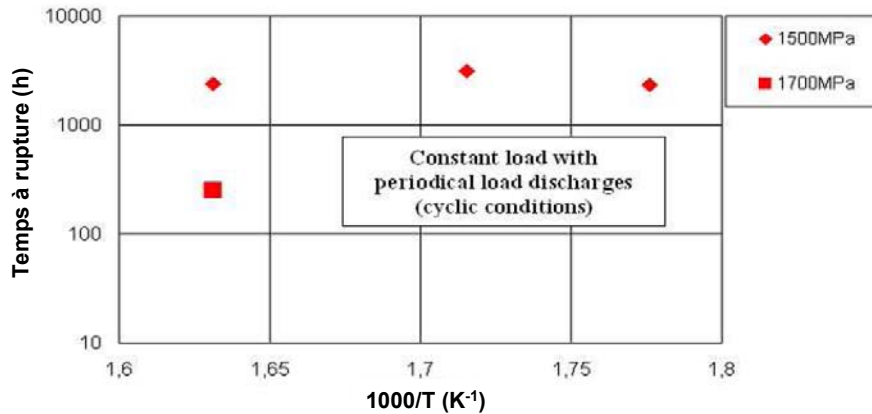


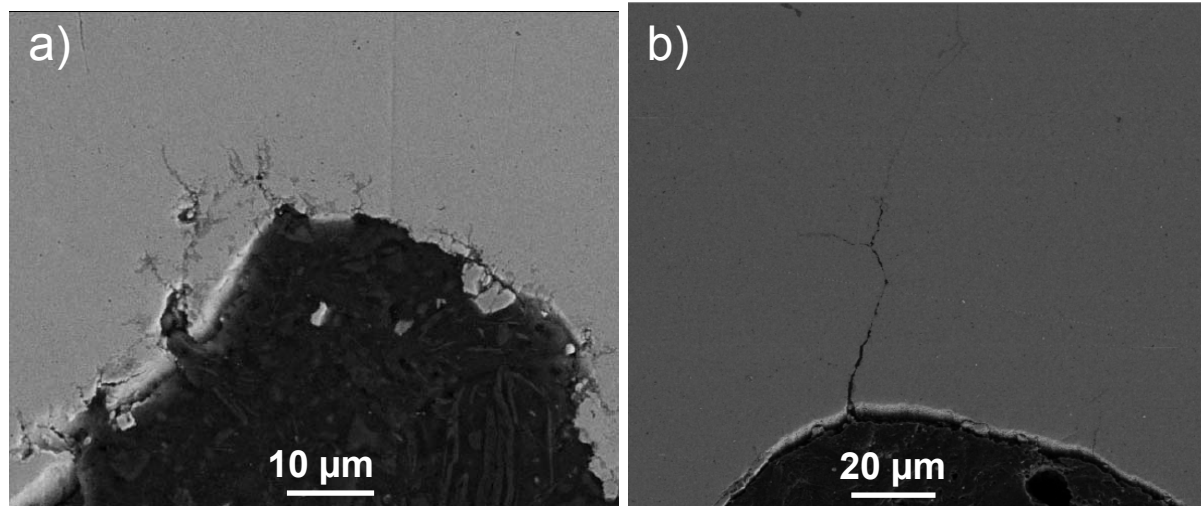
Figure 2-67 : Effet de la température sur la vitesse de propagation pour l'acier 316L B laminé L(40%), (Herms 2009a)

Ce résultat est cohérent avec le bilan présenté précédemment des évaluations des énergies d'activation pour la propagation de la CSC (Paragraphe 2.3.5.1.3). En effet, les études réalisées sur des éprouvettes dédiées à la propagation aboutissaient à une valeur d'énergie d'activation pour la propagation comprise entre 30 et 100 kJ.mol<sup>-1</sup>, soit une valeur deux à trois fois plus faible que pour l'alliage 600. En particulier, le CEA (Herms 2005) a estimé l'énergie d'activation à seulement 29 kJ.mol<sup>-1</sup> entre 180°C et 360°C pour des essais de traction lente sur des aciers 304L et 316L pré-déformés par fatigue, laminage et grenailage. La valeur de 29 kJ.mol<sup>-1</sup> est alors une valeur macroscopique observée qui intègre l'amorçage et la propagation de fissure.

### 2.3.6.4. Etat de surface

Dans l'étude du CEA (Herms 2009b), les entailles en V sont usinées par rectification. Afin d'obtenir des informations sur l'effet de l'état de surface en fond d'entaille sur le temps d'amorçage, une éprouvette en acier 316L laminé à 40% de réduction d'épaisseur présentant une entaille en U usinée par électro-érosion est soumise à un chargement trapèze ( $R = 0.85$ ,  $f = 3 \cdot 10^{-4}$  Hz,  $\sigma_{\max} = 1680$  MPa, taux de triaxialité = 1,4). L'usinage par électro-érosion présente l'avantage d'écrouir très peu la surface du matériau. Par contre l'état brut d'électro-érosion ne permet pas de visualiser la présence d'amorces en surface.

Pour des contraintes maximales comparables en fond d'entaille, le temps d'amorçage est multiplié par 10 entre un état rectifié et un état électro-érodé. En plus de l'état de surface, des différences de répartition des contraintes dans le fond de l'entaille ont pu intervenir.

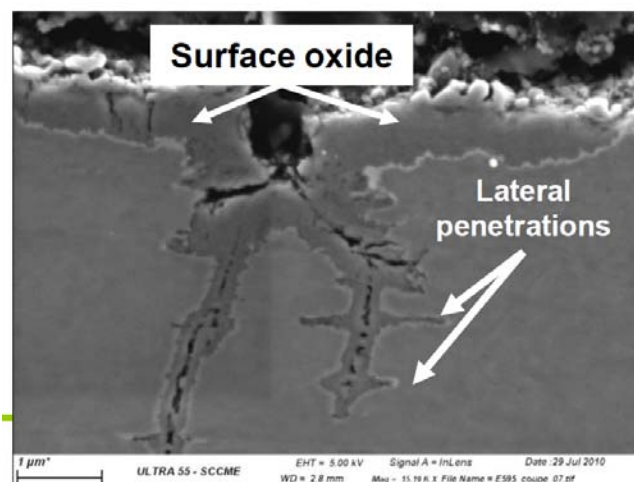


**Figure 2-68 : Acier 316L B laminé L(40%), 340°C. Observations MEB du fond d'entaille,**  
**a) entaille en U usinée par électro-érosion,  $\sigma_{\max} = 1680$  MPa, 2750 h, (Herms 2010)**  
**b) entaille en V usinée par rectification,  $\sigma_{\max} = 1460$  MPa, 2310 h (Herms 2009 b)**

Les fissures observées en fond d'entaille usinée par électro-érosion sont très courtes, inférieures à 10  $\mu\text{m}$  alors qu'une profondeur de 820  $\mu\text{m}$  a été observée pour l'état rectifié sous le même niveau de contrainte. Elles sont également très ramifiées (Figure 2-68). Le phénomène est moins marqué pour les entailles en V. Herms suppose que l'état de surface en fond d'entaille usinée par électro-érosion (replis de métal, arrachements de matière) est associé à des contraintes résiduelles importantes.

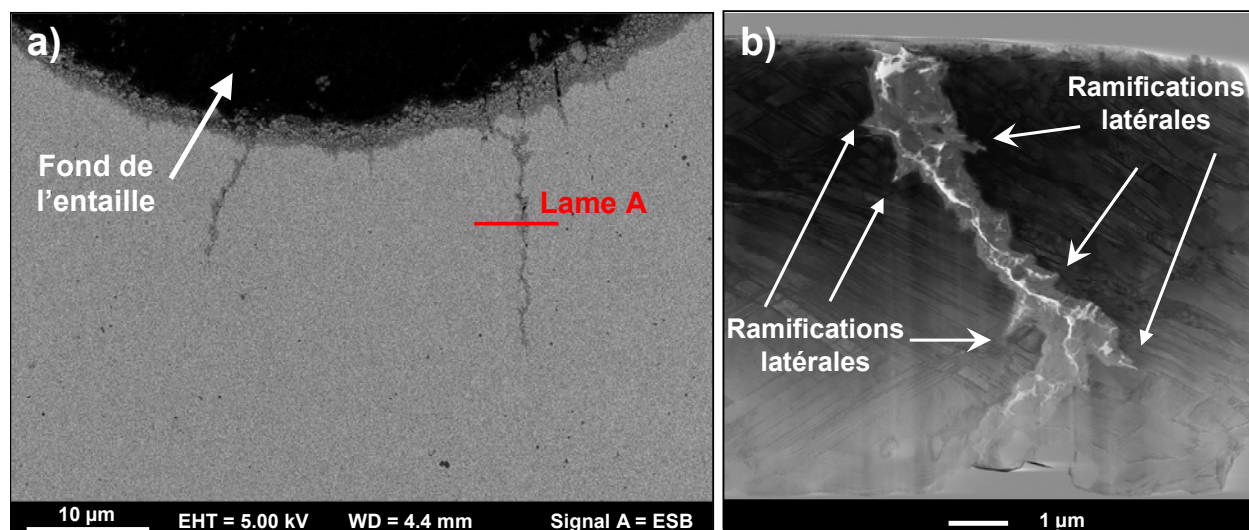
### 2.3.6.5. Oxydation

Les fissures semblent s'amorcer sur des pénétrations d'oxyde en surface, résultat que Herms confirme par analyses EDS au MET. Les fissures sont entièrement remplies d'oxyde sur toute leur longueur (Figure 2-69).



**Figure 2-69 : Observation MEB d'une fissure et de ses ramifications (Herms 2010)**

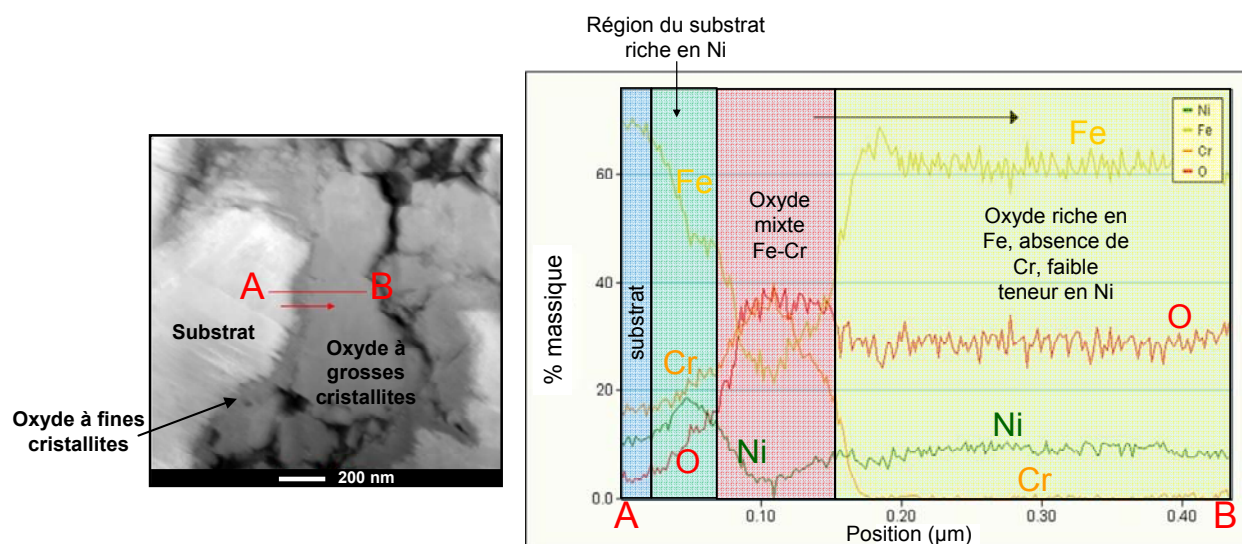
Une lame mince (dite « A ») a été prélevée perpendiculairement à une amorce de fissure de CSC (Figure 2-70a) obtenue sur l'acier 316L B pré-déformé par laminage L(40%) après 2300 h d'essai sous chargement trapèze ( $R = 0,85$ ,  $f = 3.10^{-4}$  Hz,  $\sigma_{\max} = 1460$  MPa) à 340°C. L'épaisseur d'oxyde sur les lèvres de la fissure atteint 500 nm sur toute la longueur de l'amorce (Figure 2-70b), (Herms 2011b). De nombreuses ramifications latérales sont observées. Elles suivent des bandes de déformation.



**Figure 2-70 : a) Zone de prélèvement de la lame mince**  
**b) Vue générale au MET de la lame mince : amorce présentant de nombreuses ramifications**  
 (Herms 2011b)

Des analyses STEM / EDS révèlent un oxyde bicouche dans la fissure. La couche d'oxyde interne sur les lèvres de la fissure est riche en Cr et en Fe (Figure 2-71) avec une structure spinelle. De plus, elle est constituée de cristallites nanométriques et son épaisseur est voisine de 50 nm. La couche d'oxyde externe est riche en Fe, pauvre en Ni (Figure 2-71) et dépourvue de Cr. Elle pourrait provenir de la redéposition du Fe (provenant de l'autoclave) lors de l'essai de CSC. Elle est constituée de gros cristallites (50 à 200 nm) qui combrent parfois complètement la fissure. Enfin, une zone localement enrichie en Ni est observée dans le substrat à proximité de l'interface avec l'oxyde interne. L'ensemble de ces informations est synthétisé dans un schéma (Figure 2-72a) décrivant la morphologie des couches d'oxyde.

On retiendra que la même structure bicouche est observée au niveau des amorces sur les lèvres des fissures propagées ainsi que dans la zone oxydée de la surface de l'entaille (Figure 2-72b). Toutefois, les épaisseurs respectives des couches internes et externes sont différentes.



**Figure 2-71 : Profil EDS (MET) de la composition chimique de la couche d'oxyde formée dans la fissure**  
 (Herms 2011b)



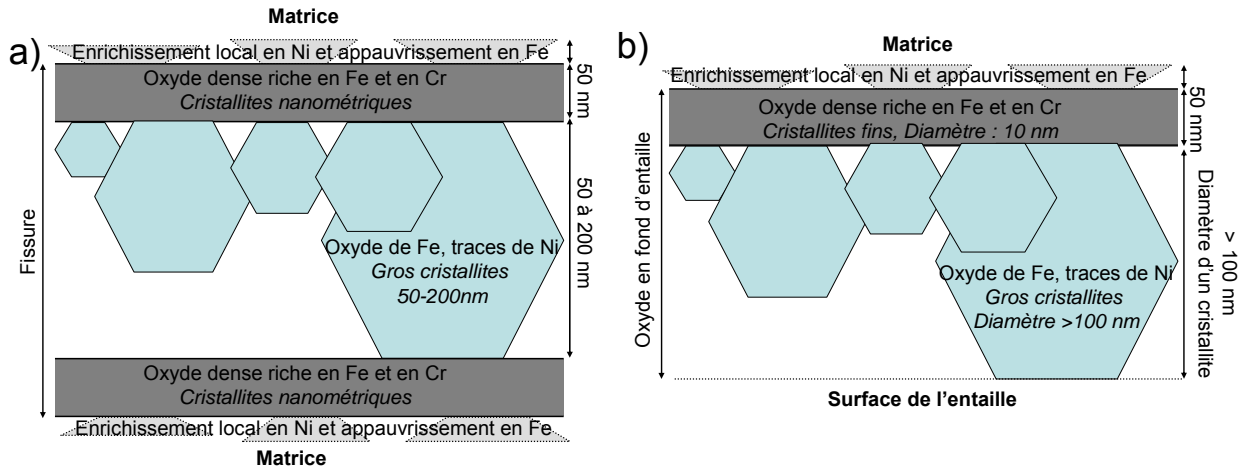


Figure 2-72 : Morphologie bicouche de l'oxyde (a) dans une amorce de CSC et (b) en surface d'après (Herms 2011b)

### 2.3.6.6. Conclusion

La propagation des fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP en laboratoire est un phénomène qui a été largement étudié et dont la paramétrisation commence à être bien connue. A l'opposé, les études d'amorçage sont à la fois rares et récentes. L'amorçage est étudié sur matériaux pré-déformés lors de campagnes d'essais de traction lente ou d'essais sous chargement cyclique de forme trapèze. L'amorçage de fissures de CSC a pu être observé sous chargement statique en des temps considérables : les durées d'essais sont en moyenne trois fois plus longues que sous chargement dynamique.

Des données complémentaires sous chargement cyclique devront toutefois être produites afin d'affiner la courbe limite d'amorçage mais on peut d'ores et déjà noter la diminution de la sensibilité à l'amorçage avec la diminution de la valeur de la contrainte appliquée (Figure 2-66). Enfin, notons que les fissures s'amorcent de façon intragranulaire et se propagent avec une morphologie mixte très majoritairement intergranulaire, les zones intragranulaires dans le domaine de propagation n'étant constituées que d'îlots dispersés. L'étape d'amorçage proprement dite (apparition d'un défaut) peut être très rapide sous contraintes élevées. Le stade de propagation des fissures courtes (correspondant à la dimension d'un grain, soit environ 50  $\mu\text{m}$ ) est l'étape qui semble la plus affectée par la diminution des contraintes appliquées. Il semblerait que ce soit l'étape la plus longue du processus de corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP. La diminution de la contrainte appliquée ainsi que le passage de sollicitations cycliques à statiques semblent augmenter la durée de la période de propagation lente en mode intragranulaire des fissures de faible profondeur (<50  $\mu\text{m}$ ). On retiendra également que des amorces intergranulaires ont également été observées lors d'essais de traction lente pour un pré-écrouissage par traction.

## 2.4. Modèles d'amorçage

### 2.4.1. Le modèle des indices

Le modèle des indices est un modèle déterministe développé pour estimer la durée de vie des composants en alliage 600, qui est un alliage base nickel (Boudot 1992). Ce modèle est basé sur la comparaison des conditions de fonctionnement en centrale avec les premières observations de fissures en service. Le modèle des indices prend la forme d'une relation empirique entre la durée minimale  $t$  pour la fissuration d'un composant, l'indice de sensibilité d'un composant ( $I_m$ ), la contrainte ( $I_\sigma$ ) et la température ( $I_\theta$ ) en service.

$$t = \frac{10000}{I_m \cdot I_\theta \cdot I_\sigma} \quad 2-14$$

Ce modèle est utilisé pour classer les sensibilités des différents composants en alliage 600 à la CSC. La valeur de référence est la durée à fissuration des zones de transition de dudgeonnage des tubes

de générateur de vapeur sous 450 MPa à 325°C soit 10 000 heures : dans ces conditions l'indice matériau vaut 1. Les valeurs des contraintes en service sont calculées ou estimées à partir d'essais sur maquettes. L'indice « matériau » est calculé à partir de la durée minimale nécessaire à la rupture du composant. Si aucun cas de fissuration en service n'a été rapporté, l'indice matériau est évalué à partir d'essais en laboratoire ou estimé à partir de la connaissance des gammes de fabrication.

La CSC est thermiquement activée. L'indice dit « de température »  $I_\theta$  prend la forme d'une loi d'Arrhenius avec une valeur de l'énergie d'activation apparente  $E_a$  dans la gamme 95-200 kJ.mol<sup>-1</sup> pour l'alliage 600. La valeur de 180 kJ.mol<sup>-1</sup> est admise pour l'amorçage.

$$I_\theta = \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{598}\right)\right) \text{ avec } T \text{ en K.} \quad 2-15$$

L'indice contrainte  $I_\sigma$  est défini comme :

$$I_\sigma = \left(\frac{\sigma}{450}\right)^4 \text{ et } I_\sigma = 0 \text{ si } \sigma < 250 \text{ MPa} \quad 2-16$$

Le temps d'amorçage est alors défini par la relation suivante:

$$t = \frac{10000}{I_m \cdot I_\sigma \cdot I_\theta} = \frac{10000}{I_m \cdot \left(\frac{\sigma}{450}\right)^4 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{598}\right)\right)} \quad 2-17$$

L'application du modèle des indices aux aciers inoxydables nécessite d'abord de choisir une valeur de référence, éventuellement à partir du retour d'expérience d'EDF. L'énergie d'activation de la CSC est plus faible pour les aciers inoxydables que pour l'alliage 600. Une valeur proche de 30 kJ.mol<sup>-1</sup> a été rapportée. On rappelle que Herms (Herms 2009a) n'a pas mis en évidence d'effet probant de la température dans la gamme [290°-340°C]. Le point dur de l'application du modèle des indices aux aciers inoxydables est l'évaluation de la dépendance à la contrainte appliquée.

## 2.4.2. Améliorations du modèle des indices

### 2.4.2.1. Introduction de la contrainte effective $\sigma_{\text{eff}}$ pour prendre en compte la surface écaillée

S. Le Hong (Le Hong 1998) améliore le modèle des Indices en modifiant l'indice de contrainte de façon à intégrer au modèle l'effet de l'écaillage de surface. Il se base sur les travaux de Boursier (Boursier 1993) pour modéliser l'effet de la couche écaillée : Boursier observe que les éprouvettes en alliage 600 rompent plus tardivement lorsqu'elles ont été électropolies que lorsque la surface est écaillée par l'usinage. La vitesse de propagation lente est augmentée d'environ un facteur 6 si une couche écaillée est présente en surface de l'éprouvette de CSC, pour une contrainte appliquée supérieure à la limite d'écoulement du matériau au cœur de l'éprouvette. En effet, lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'écoulement du matériau à cœur, la couche écaillée se comporte de la même façon que le matériau à cœur. Par contre, si la contrainte appliquée devient supérieure à la limite d'écoulement du matériau à cœur, des niveaux de contrainte très élevés sont générés dans la couche écaillée en surface.

C'est ainsi que Le Hong introduit la notion de contrainte effective : la contrainte effective génère la même profondeur de fissure sur un matériau écaillé de façon homogène que la contrainte réelle sur un matériau dont l'écaillage à cœur et en surface diffèrent. Le Hong propose une méthode de calcul de  $\sigma_{\text{eff}}$  basée sur trois hypothèses :

- la valeur du seuil  $K_{\text{ISCC}}$  entre l'amorçage et la propagation est de 9 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ .
- le chargement mécanique est supérieur à la limite d'écoulement du matériau.
- la vitesse de déformation est considérée comme le paramètre pertinent pour décrire la propagation des fissures pendant l'étape de propagation lente.



### 2.4.2.2. Indice matériau : le rôle des carbures pour l'alliage 600

Il s'avère pour l'alliage 600 que la distribution des carbures est l'un des principaux facteurs affectant la sensibilité à la CSC d'une coulée à l'autre. Benhamou (Benhamou, 1999) propose alors des valeurs différentes de l'indice matériau suivant la microstructure. Cette proposition concerne les pénétrations des couvercles de cuves. Les différences entre ces trois familles de microstructures reposent sur la distribution des carbures.

- La classe A avec des carbures principalement intergranulaires :  $I_m = 0,5$
- La classe B recristallisée avec des carbures principalement aux anciens joints de grains (réseau fantôme) :  $I_m = 0,65$
- La classe C recristallisée avec des carbures intragranulaires uniformément répartis  $I_m = 1$

La microstructure de classe A est la plus résistante à la CSC tandis que les microstructures de classe B et C sont plus sensibles à la CSC.

La question de la distribution des précipités ne se pose pas pour les aciers inoxydables austénitiques. L'indice matériau appliqué aux aciers inoxydables sera vraisemblablement lié aux mécanismes de déformation activés. En effet la localisation de la déformation, en lien avec l'EDE semble être un paramètre déterminant pour la sensibilité à la CSC (Yonezawa 2009), (Couvant 2009).

### 2.4.2.3. Chemin de déformation

Vaillant (Vaillant 2008) propose d'améliorer le modèle des indices appliqué à l'alliage 600 en lui ajoutant un nouveau terme qui décrira l'effet du chemin de déformation, à savoir qu'un trajet de déformation complexe favorise largement l'IGSCC. Le modèle des indices prend alors la forme générale suivante :

$$\frac{1}{t} = K \cdot I_\beta \cdot I'_m \cdot \sigma^4 \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad 2-18$$

avec  $I_\beta$  l'indice associé au chemin de déformation.

Dans la même lignée, Couvant propose d'inclure l'effet du chemin de déformation dans l'indice contrainte  $I_\sigma$  en vue d'une application à l'acier 304L (Couvant 2010).

$$t = \frac{C}{I_m \times I_\sigma \times I_\theta} \quad 2-19$$

$$\text{Avec } I_\sigma = 2,44 \times 10^{-11} [k_{GBs}(\varepsilon_1, \beta, \varepsilon_2) \times \text{moyenne}(\sigma)]^4 \quad 2-20$$

Une simulation de la concentration des contraintes aux joints de grains pour un trajet de déformation perpendiculaire ( $\beta = -0,5$ ) a été réalisée sur un agrégat synthétique à l'aide du code ASTER : l'agrégat est déformé dans une direction puis dans la direction perpendiculaire. La Figure 2-73 représente l'évolution de la concentration des contraintes sur les joints de grains en fonction de la contrainte moyenne appliquée. Lorsqu'un trajet de déformation de type  $\beta = -0,5$  est considéré, la concentration des contraintes sur les joints de grains lors du deuxième chargement augmente d'environ un facteur 2 par rapport à celle atteinte à la suite du premier chargement. De plus, lorsque la valeur moyenne de la contrainte appliquée lors du deuxième chargement augmente, une homogénéisation de la concentration des contraintes aux joints de grains est observée. Cette homogénéisation est d'autant plus importante que la valeur moyenne de la contrainte du premier chargement a été élevée. Ce résultat, obtenu par calculs sur agrégat polycristallin, est cohérent avec les résultats des essais de traction lente sur aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L obtenus par Couvant (Couvant 2009) : il montre qu'un amorçage significatif est obtenu après une pré-déformation faible lorsque le deuxième chargement est faible à modéré. Ces conditions sont celles qui permettent d'obtenir le maximum d'hétérogénéités de déformation.

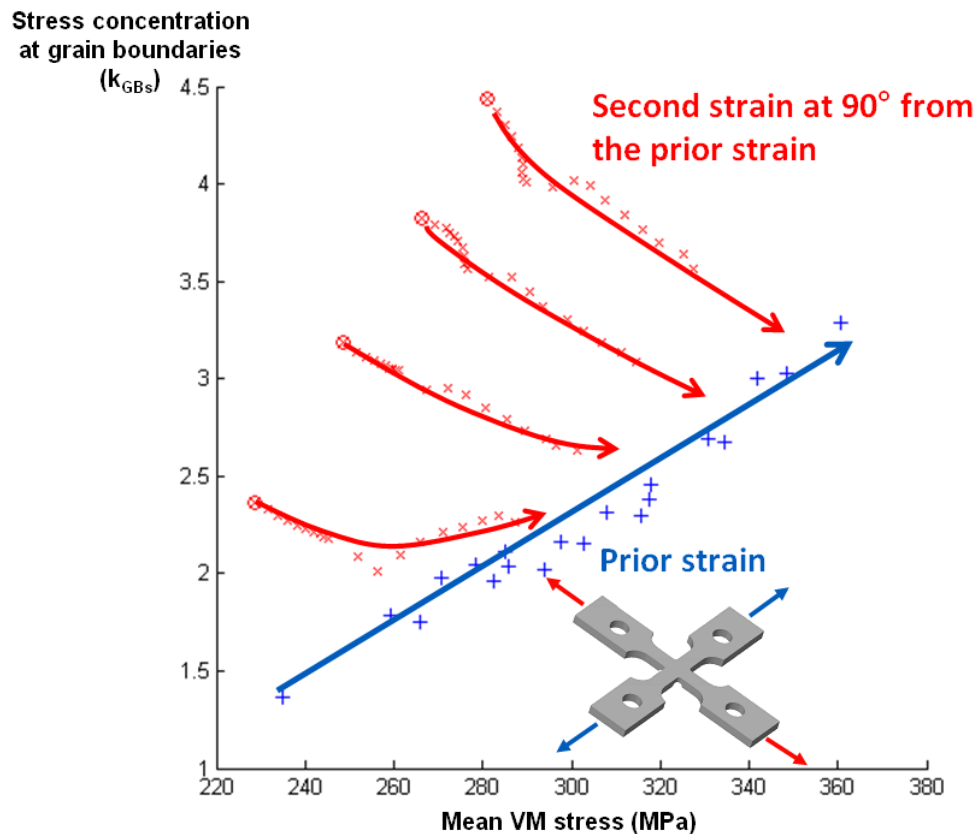


Figure 2-73 : Effet d'un trajet de chargement à 90° sur la concentration des contraintes aux joints de grains (Couvant 2010)

Couvant calcule ensuite le temps à rupture pour les paramètres suivants dans le cas de l'alliage 600 exposé au milieu primaire à 325°C :

- $k_{GBs} = 2$ ,
- $T = 325^{\circ}\text{C}$ ,
- $\text{moyenne}(\sigma) = 665 \text{ MPa}$
- $I_m = 0,16$ .

Pour un chemin de déformation monotone (caractéristique d'éprouvettes de traction), le temps à rupture est évalué à 7270 h. Pour un chemin de déformation complexe (type éprouvette RUB), le temps à rupture est évalué à 450 h. Couvant en conclut qu'en intégrant l'effet du chemin de déformation, le modèle des indices peut être calibré indépendamment de la géométrie de l'éprouvette de CSC choisie, ce qui était auparavant l'une, si ce n'est la plus grande, des faiblesses du modèle des indices. Couvant propose ensuite d'améliorer les prédictions du modèle des indices en évaluant l'indice matériau à partir des paramètres locaux :

- Effet de la déformation  $\mathcal{E}$  sur la cinétique d'oxydation
- Effet de l'histoire du chargement sur la contrainte aux joints de grains.

Il apparaît que l'écrouissage et le chemin de déformation sont des paramètres affectant fortement la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques. L'intégration de ces paramètres au modèle des indices est envisageable en modifiant l'indice matériau, l'indice de contrainte ou en ajoutant un indice associé à l'écrouissage. Toutefois, le formalisme tel que proposé par Couvant (Couvant 2010) se base sur des grandeurs à l'échelle de la microstructure, telles que la concentration des contraintes aux joints de grains, et qui ne sont pas aisément accessibles en ingénierie.

### 2.4.3. Utilisation dans un cadre statistique

L'approche déterministe du modèle des indices est doublée d'une approche probabiliste (Scott 2001), (Benhamou 2008), (Benhamou 2009). En effet, le classement des composants en alliage 600 est réalisé en utilisant les valeurs limites des principaux paramètres affectant la sensibilité à la CSC. L'approche probabiliste utilise une distribution de Weibull à 3 paramètres pour simuler les données de CSC disponibles.

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - F(t)} \right) \right] = \beta \ln((t - t_0) + \beta \ln(\eta - t_0)) \quad 2-21$$

avec  $F(t)$  l'estimation du pourcentage cumulé de composants fissurés,  $\beta$  le paramètre de forme de la distribution,  $\eta$  le temps caractéristique et  $t_0$  l'origine de la distribution.

L'avantage de la distribution de Weibull réside dans la facilité de linéariser son équation. Néanmoins, cette approche fournit seulement une cinétique moyenne de fissuration des composants et conduit à des surestimations des fissurations aux temps de vie courts et longs.

Pour pallier à ces défauts, des simulations Monte-Carlo ont été utilisées (Benhamou 2008), (De Currieres 2008). Elles permettent de prendre en compte la dispersion des paramètres d'entrée du modèle des indices (Figure 2-74). La distribution des temps à rupture est calculée en utilisant des valeurs des paramètres d'entrées du modèle, choisie aléatoirement dans les limites des distributions considérées (Figure 2-75).

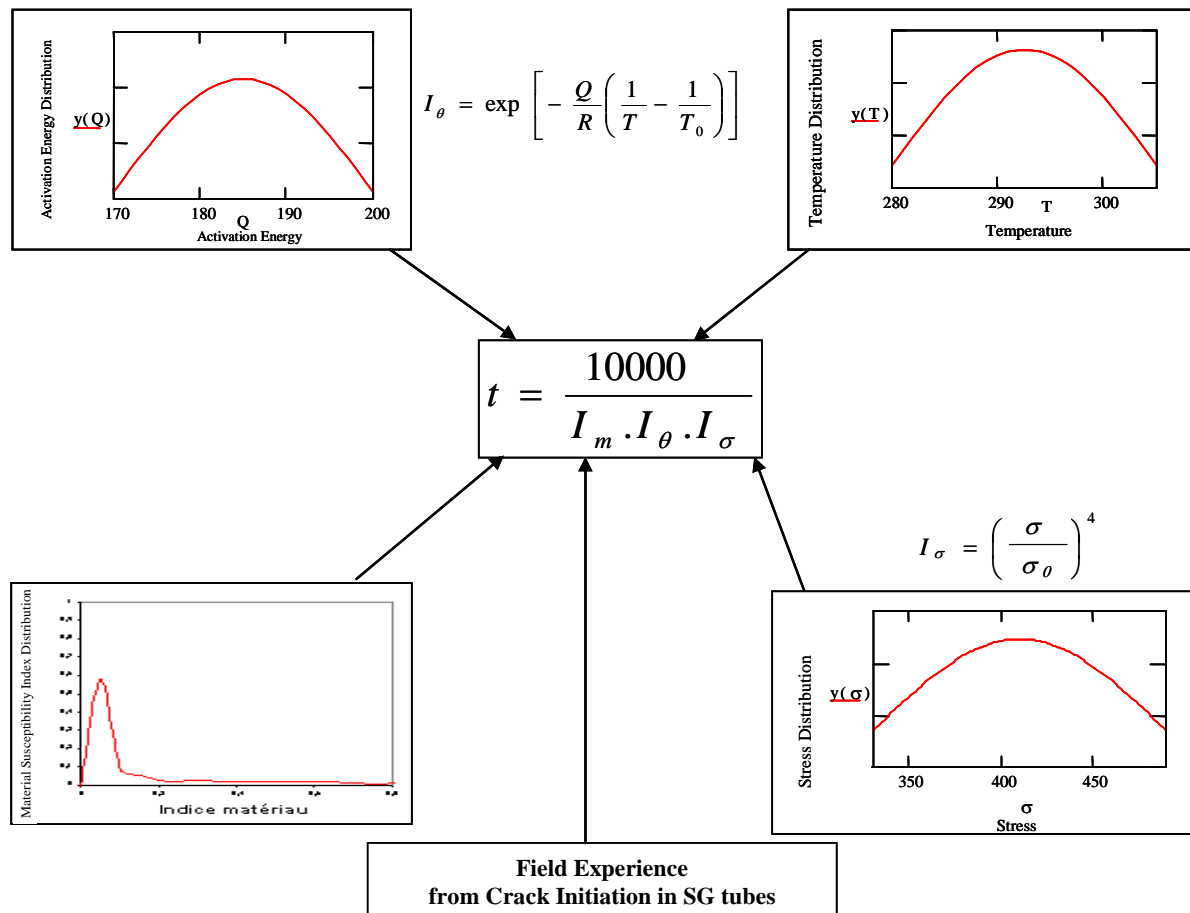


Figure 2-74 : Distributions des valeurs prises par les variables du modèle des indices : énergie d'activation, température, matériau, contrainte. Application à l'alliage 600 TT utilisé pour les tubes de générateur de vapeur (De Currieres 2008)

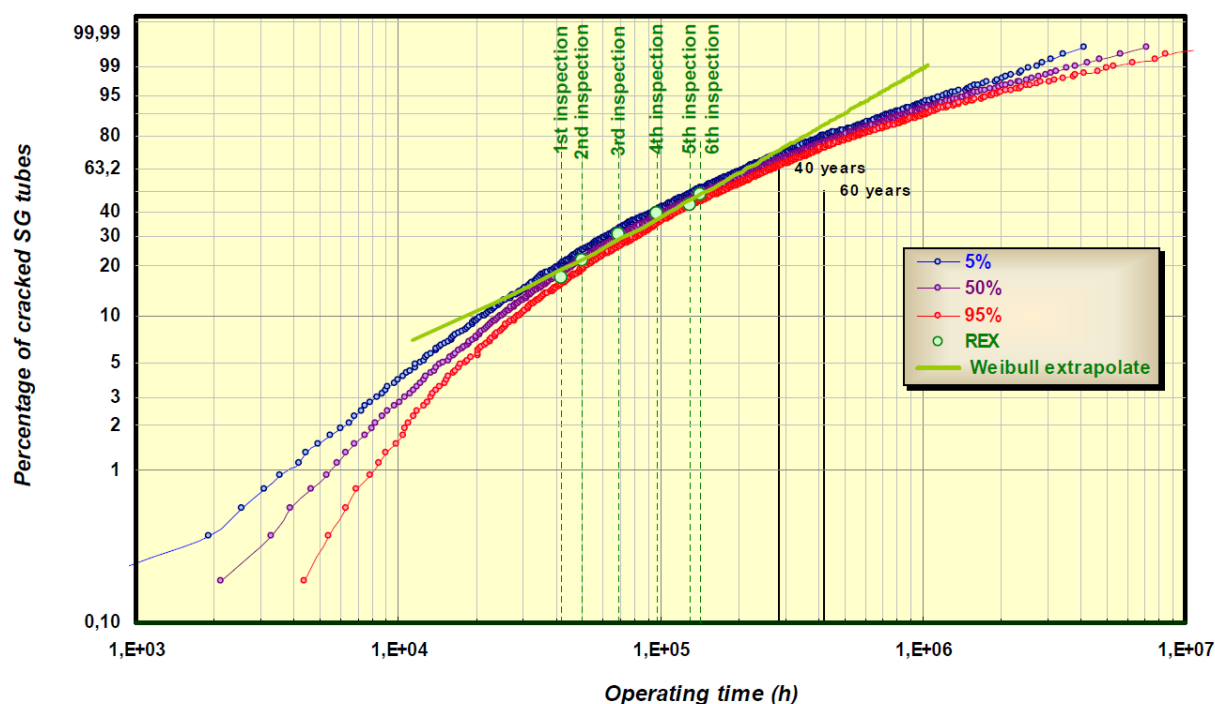


Figure 2-75 : Exemple d'utilisation du modèle des indices couplés à un traitement statistique. Application à l'alliage 600 TT - Tubes des générateurs de vapeur (De Currieres 2008)

#### 2.4.4. Conclusion

Le modèle des indices a été développé pour l'alliage 600. Il semble pertinent pour classer les composants en termes de sensibilité à la CSC mais malgré ses récentes améliorations, il demeure insuffisant pour déterminer de façon fiable la durée de vie d'un composant. Des tentatives d'application aux aciers inoxydables sont en cours.

#### 2.4.5. Modèle de Garud

Le modèle de Garud (Garud 2009) est un modèle d'ingénierie, développé avec le support de l'EPRI, qui vise à fournir un moyen simple d'évaluer l'effet complexe de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables en milieu REB et en milieu primaire de REP.

Garud propose d'utiliser trois paramètres :

- la contrainte effective. Par ce moyen, les effets de l'écrouissage de surface comme de l'écrouissage à cœur sont pris en compte,
- les interactions corrosion / déformation ce qui permet d'intégrer l'effet de l'écrouissage sur la cinétique d'oxydation,
- la résistance du matériau à la micro-fissuration, en lien avec son écoulement plastique avant endommagement.

Dans le cadre de ce modèle, la sensibilité à la CSC est définie par un critère temporel qui correspond à l'apparition d'une fissure principale de profondeur significative. Garud retient des profondeurs comprises en 0,4 à 2 mm, ce qui correspond à des profondeurs suffisamment importantes pour être aisément détectables en laboratoire (0,4 mm) et sur site (2 mm). On retiendra que le cadre de ce modèle devrait pouvoir être appliqué à des fissures plus courtes avec un facteur de changement d'échelle approprié. Le modèle de Garud dans sa forme actuelle décrit un temps à l'amorçage qui correspond à peu près à la durée nécessaire pour obtenir la transition propagation lente / propagation rapide. Toutefois, il prétend également fournir les éléments nécessaires en vue d'une transposition à l'obtention de défauts plus courts, et donc éventuellement à la prédiction de l'amorçage vrai.

Garud commence par proposer une mesure de l'écrouissage basée sur la consolidation du matériau. L'évaluation de l'écrouissage est réalisée avec le paramètre  $m$  dont la formule est explicitée par l'équation 2-22. Dans ce modèle, le paramètre pertinent pour décrire l'écrouissage est l'augmentation

de la limite d'écoulement et non la déformation plastique cumulée.

$$m = k \times \left( \frac{S_y}{E} \right)^a \times (r-1)^b \times (r)^c \quad 2-22$$

$$\text{avec } r = \left( \frac{S_u}{S_y} \right) \quad 2-23$$

E est le module d'Young,  $S_y$  est la limite d'écoulement,  $S_u$  est la résistance mécanique. Les valeurs de la limite d'écoulement et de la résistance mécanique utilisées ici correspondent au matériau dans l'état d'écrouissage étudié. Les paramètres a ( $a > 0$ ), b ( $b < 0$ ) et c ( $c < 0$ ) sont des paramètres empiriques à ajuster. Le paramètre k est également à ajuster pour que m soit égal à 1 à l'état hyperecreuissage (sans écreuissage).

Le rapport  $S_y/E$  correspond à la déformation élastique macroscopique à la limite d'écoulement. Le rapport  $r = S_u/S_y$  est supérieur à 1 et diminue quand l'écrouissage augmente. De même (r-1) diminue quand l'écrouissage augmente. Le rapport r et le paramètre (r-1) sont utilisés pour décrire l'évolution du comportement du matériau dans le domaine plastique.

Le temps  $t_i$  nécessaire pour l'amorçage d'une fissure de faible profondeur (0,4 à 2 mm) dépend du milieu, de la température (dépendance suivant une loi d'Arrhénius) et du matériau. Le modèle de Garud se concentre sur l'effet de l'écrouissage. Les paramètres du milieu / température et du matériau sont intégrés à la variable d'ajustement  $\lambda_m$ . Dans la forme simplifiée du modèle, le temps  $t_i$  s'exprime par :

$$t_i = a_n \times \lambda_m \times \ln \left( \frac{A}{S/S_y} \right) \quad 2-24$$

$a_n$  est un paramètre normalisé de résistance du matériau écreu à la CSC. Il faut donc établir la dépendance au paramètre m défini plus haut pour caractériser l'écrouissage. A est un paramètre qui rend compte de la résistance à la micro-fissuration du matériau. S est la contrainte effective, sa valeur inclut les contraintes résiduelles.  $S_y$  est la limite d'écoulement du matériau. Le rapport  $S/S_y$  représente la sévérité du niveau de contrainte appliqué.

A titre d'exemple, le paramètre  $a_n$  a été défini pour l'alliage 600 par la relation suivante :

$$a_n = \left( \frac{a_1}{m^q} \right) \quad 2-25$$

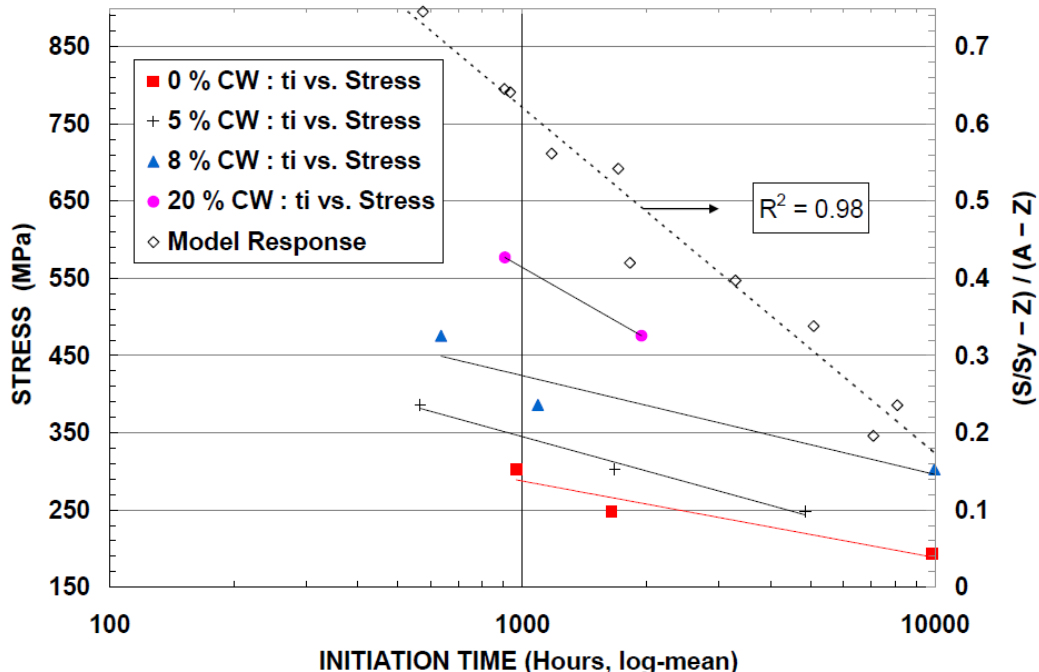
Pour un matériau non déformé (état hyperecreu), m vaut 1,  $a_n$  vaut 1 et donc  $a_1$  vaut également 1. Toutefois, la dépendance au paramètre m peut a priori prendre une forme différente pour les aciers inoxydables.

Il est également possible d'introduire un facteur représentant l'existence d'un seuil en contrainte  $S_{th}$  pour l'amorçage des fissures de CSC. Le temps  $t_i$  est alors défini par l'équation suivante :

$$t_i = a_n \times \lambda_n \times \ln(A) \times \frac{\ln \left[ \frac{A-z}{S_y} \right]}{\ln \left[ \frac{A-z}{1-z} \right]} \quad 2-26$$

avec  $z = S_{th}/S_y$ .  $a_n$  est le paramètre normalisé de résistance du matériau écroui à la CSC.  $A$  est un paramètre qui rend compte de la résistance à la micro-fissuration du matériau.  $S$  est la contrainte effective.  $S_y$  est la limite d'écoulement du matériau.

Garud applique avec succès ce modèle pour prédire le temps à l'amorçage des fissures de CSC des aciers inoxydables sensibilisés en milieu REB (Figure 2-76).



**Figure 2-76 : Acier inoxydable 304 sensibilisé exposé au milieu REB et sollicité sous charge constante - effet de la contrainte appliquée et de l'écrouissage (axe de gauche) et réponse du modèle de Garud (axe de droite) (Garud 2009)**

Ce modèle postule un effet majeur de l'écrouissage sur la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC, ce qui semble raisonnable au vu de notre revue bibliographique. L'effet de l'écrouissage est introduit via le paramètre  $m$ , présenté comme une mesure de l'écrouissage. Le calcul du paramètre  $m$  repose uniquement sur l'évolution de la limite d'écoulement avec l'écrouissage mais ne permet pas de rendre compte de la déformation plastique réellement introduite dans le matériau. Ce parti pris repose sur l'idée que des chemins de mise en forme différents aboutissent, à déformation équivalente, à des limites d'écoulement différentes. Toutefois, il n'est pas prouvé que ce soit la contrainte et non la déformation plastique qui pilote la sensibilité à la CSC avec l'écrouissage.

L'intérêt de ce modèle est de tenter d'intégrer à la fois l'effet du niveau d'écrouissage et l'effet du trajet de chargement, dont on a vu qu'il était déterminant. En effet, un trajet de chargement complexe modifie, à déformation équivalente, la limite d'écoulement du matériau, si une part de l'écrouissage est cinématique.

## 2.4.6. Conclusion sur les modèles d'amorçage

Le modèle des indices est un modèle d'ingénierie développé pour rendre compte du temps à rupture des composants en alliage 600. Il peut être transposé au temps à l'amorçage industriel et / ou aux aciers inoxydables en adaptant les expressions utilisées pour les différents indices (par exemple, l'énergie d'activation ou l'exposant appliqué à la contrainte). Toutefois son formalisme actuel peine à rendre compte des effets de l'écrouissage et du trajet de chargement. Des développements en cours essaient de rendre compte de l'effet du trajet de déformation, mais les paramètres appliqués sont définis à l'échelle de la microstructure. Cette orientation, parfaitement justifiée, est basée sur des grandeurs difficilement accessibles en ingénierie et donc pour le moment peu adaptées à un modèle semi-empirique. Toutefois, il semble raisonnable de baser une formulation future d'un modèle simple, sur une compréhension précise des mécanismes mis en jeu.

Le modèle proposé par Garud vise à décrire l'effet de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables en milieu REB ou REP. En effet, dans ces milieux, l'écrouissage augmente la

sensibilité à la CSC. En ce sens, la formulation proposée par Garud pourrait être utilisée sous la forme d'un indice d'écrouissage. Il semble toutefois délicat de séparer les effets de l'écrouissage de ceux du matériau et de la contrainte. De plus, il n'intègre pas la déformation plastique du matériau.



## Résumé

L'objectif principal de ce chapitre était de présenter la compréhension actuelle des mécanismes intervenant lors de la fissuration par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables écrouis non sensibilisés, hors présence d'espèces polluantes telles que les chlorures et les sulfates.

Les mécanismes et les modèles disponibles dans la littérature sont essentiellement des modèles de propagation. Seuls les modèles basés sur les interactions plasticité / environnement peuvent rendre compte de la CSC des aciers inoxydables en milieu primaire de REP. Des modèles d'amorçage en milieu primaire de REP sont en cours de développement mais ne sont pas complètement satisfaisants dans leur formalisme actuel. Les connaissances disponibles sur la propagation des fissures par CSC permettent de mieux appréhender les mécanismes à l'origine de l'amorçage des fissures de CSC, sous réserve qu'ils soient similaires.

Le phénomène de fissuration par CSC est décrit comme la succession de trois phases : une phase d'incubation, une phase de propagation lente et une phase de propagation rapide. Les études d'amorçage portent généralement sur les phases d'incubation et de propagation lente réunies car elles représentent l'essentiel du temps à rupture d'un composant. L'amorçage est alors défini par un critère de profondeur : c'est la profondeur de fissure correspondant à la transition entre la propagation lente et la propagation rapide. Cette profondeur critique serait reliée à un paramètre microstructural, par exemple la taille de grains ou un gradient d'écrouissage. Une profondeur critique de 50  $\mu\text{m}$  a été évaluée pour un acier 304L. Cette profondeur critique pourrait dépendre de la nature de l'acier et / ou du niveau d'écrouissage.

L'étude de la CSC des aciers inoxydables en milieu REB a été abondamment documentée du fait du nombre de réacteurs en fonctionnement dans le monde. En l'absence de polluants, la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC dépend du potentiel du milieu, de la déchromisation aux joints de grains et de la densité de dislocations. Les mécanismes de dissolution / repassivation semblent bien rendre compte de la CSC en milieu REB. En effet, les vitesses de propagation mesurées expérimentalement sont en bon accord avec celles prédites par le modèle de Shoji. On retiendra que l'écrouissage n'est pas nécessaire à l'amorçage des fissures de CSC ni pour les aciers sensibilisés ni pour les aciers hypereutectiques écrouis en milieu REB, si la contrainte appliquée est supérieure à la limite d'élasticité. Toutefois, il a été montré que l'écrouissage diminue nettement le temps d'amorçage.

Au contraire, en milieu primaire de REP, l'écrouissage semble être une condition nécessaire à la CSC des aciers inoxydables austénitiques. En traction lente, un seuil de dureté de 240  $\text{HV}_{0,1}$  semble nécessaire pour l'amorçage et un seuil de 310  $\text{HV}_{0,1}$  pour la propagation rapide. Mais le taux d'écrouissage n'est pas l'unique facteur responsable de la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP. Pour un niveau d'écrouissage donné, la sensibilité à la fissuration dépend fortement du chemin de déformation. Les trajets de déformation complexes favorisent la localisation de la déformation. Ils conduisent préférentiellement à une morphologie de fissures intergranulaire.

Les résultats de propagation obtenus tendent à montrer qu'il existe une valeur seuil du facteur d'intensité des contraintes  $K$  au-delà de laquelle les aciers inoxydables austénitiques fissurent rapidement. La vitesse de propagation augmente d'abord très rapidement avec la valeur de  $K$  puis se stabilise. Par contre, les études dédiées à l'amorçage n'ont pas permis d'identifier de contrainte seuil, pourvu que le matériau soit suffisamment écroui. Toutefois, les niveaux de contrainte testés restent très élevés par rapport à la limite d'écoulement du matériau. L'application d'un chargement cyclique de faible amplitude et de basse fréquence favorise l'amorçage et la propagation des fissures. Le temps d'amorçage est diminué d'un facteur 3 par rapport à un chargement statique. La valeur de l'énergie d'activation pour la propagation ne fait pas actuellement l'objet d'un consensus : des valeurs comprises entre 30 et 100  $\text{kJ.mol}^{-1}$  ont été rapportées entre 180 et 360°C. Par contre la température ne semble pas avoir d'effet sur la sensibilité à l'amorçage dans la gamme [290°C-340°C].

Une même couche d'oxyde duplex est observée sur les lèvres des fissures de CSC et en pointe de fissure. La couche interne continue de structure spinelle est riche en Cr et en Fe tandis que la couche externe, également de structure spinelle mais discontinue, est riche en Fe. Un enrichissement en Ni a pu être observé à l'interface métal / oxyde interne. Contrairement aux cas des alliages base Ni, il n'existe pas de preuve définitive de la présence, ou de l'absence, d'oxyde de chrome  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  en pointe de fissure.



### 3. Matériaux

L'étude bibliographique, présentée au chapitre précédent, a mis en évidence la nécessité d'un écrouissage suffisant pour amorcer puis propager des fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques exposés au milieu primaire nominal. Nous avons vu de plus que les trajets de déformation complexes conduisent préférentiellement à des morphologies de fissures intergranulaires. Enfin, ces mêmes trajets de déformation complexes favorisent la localisation de la déformation, facteur aggravant la sensibilité à la CSC d'un matériau écroui.

Dans ce chapitre, les matériaux étudiés seront présentés d'un point de vue chimique, microstructural et mécanique. Nous présenterons, notamment, les valeurs de l'énergie de défaut d'empilement, paramètre qui gouverne les mécanismes de déformation mis en jeu, ainsi que les valeurs des limites d'écoulement pour les différents états déformés.

Dans une deuxième partie, les résultats des deux campagnes d'essais mécaniques réalisées sous air seront présentés : l'une consiste en des essais de traction simple, l'autre en des essais oligocycliques. La base expérimentale ainsi acquise permet de mieux appréhender le comportement des matériaux étudiés sous un chargement complexe.

La caractérisation des matériaux de l'étude (Paragraphe 3.1) s'appuie essentiellement sur des résultats d'essais et de mesures réalisés soit lors d'études antérieures soit lors de prestations internes à EDF/R&D. Au contraire, l'acquisition de la base expérimentale et le travail d'identification des lois de comportement (Paragraphe 3.2) font partie intégrante de notre étude.

#### 3.1. Les matériaux approvisionnés

Trois tôles de 30 mm d'épaisseur d'aciers inoxydables austénitiques de type 304L et 316L ont été approvisionnées : une nuance d'acier 304L (coulée T2575, repère magasin MMC T112) et deux nuances d'acier 316L : A (coulée XY183, repère magasin MMC T217) et B (coulée 43973). L'acier 316L B a également été étudié par le CEA (Herms 2008), (Herms 2011b). L'état de réception correspond à un état d'hypertrempe. Le comportement en propagation de ces aciers a été étudié (Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009) (Guerre 2007). L'amorçage des fissures de CSC dans l'acier 316L B a également été étudié par le CEA (Herms 2008) - (Herms 2011b), comme précédemment décrit dans le Chapitre 2, Paragraphe 2.3.6.

La tôle en acier 304L est utilisée pour l'étude de l'effet de la pré-déformation par traction. Les tôles en aciers 316L A et B sont utilisées pour étudier l'effet de la pré-déformation par traction et par laminage.

##### 3.1.1. Etat de réception

##### 3.1.1.1. Composition chimique

###### 3.1.1.1.1 Composition

Les compositions chimiques des aciers étudiés sont données dans le Tableau 3-1 et sont comparées aux spécifications RCCM. Les aciers 304L et 316L A ont des teneurs en carbone identiques et des teneurs en interstitiels (C + N) similaires. L'acier 316L B a la teneur en carbone la plus faible (0,016 % mass.). Il présente également des teneurs en Cr et en Ni dans la limite basse des gammes des spécifications tout en y restant conforme.

**Tableau 3-1 : Teneurs en éléments d'alliage (% massique) des aciers 304L, 316L A et 316L B. Comparaison aux spécifications**

	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	Co	Cu	Ti	Al
<b>Spécifications RCCM 304L</b>	<0,03	<0,03	<0,045	<1	<2	8<->12	17<->20				<1,0		
<b>304L</b>	0,026	0,002	0,027	0,52	1,49	9,45	19,23	0,24	0,064	0,07	0,17	<0,005	0,033
<b>Spécifications RCCM 316L</b>	<0,03	<0,03	<0,040	<1	<2	10<->14	16<->19	2,25<->2,75	<0,06		<1,0		
<b>316L A</b>	0,026	0,004	0,033	0,42	1,81	12	17,34	2,57	0,05		0,03		
<b>316L B</b>	0,016	0,0009	0,026	0,62	1,86	10	16,54	2,03	0,022				

### 3.1.1.1.2 Energie de défaut d'empilement

L'énergie de défaut d'empilement (EDE) de l'austénite à la température ambiante peut être calculée à partir des compositions chimiques massiques avec la relation (3-1). Les valeurs sont données dans le Tableau 3-2.

$$\text{EDE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2(\% \text{Ni}) + 410(\% \text{C}) - 0,9(\% \text{Cr}) - 77(\% \text{N}) - 13(\% \text{Si}) - 1,2(\% \text{Mn}) \quad \mathbf{3-1}$$

**Tableau 3-2 : Energie de défaut d'empilement (EDE) calculée avec la relation (3-1)**

<i>Energie de Défaut d'Empilement (EDE) à température ambiante (mJ.m<sup>-2</sup>)</i>	
<b>304L</b>	24,5
<b>316L A</b>	32
<b>316L B</b>	26

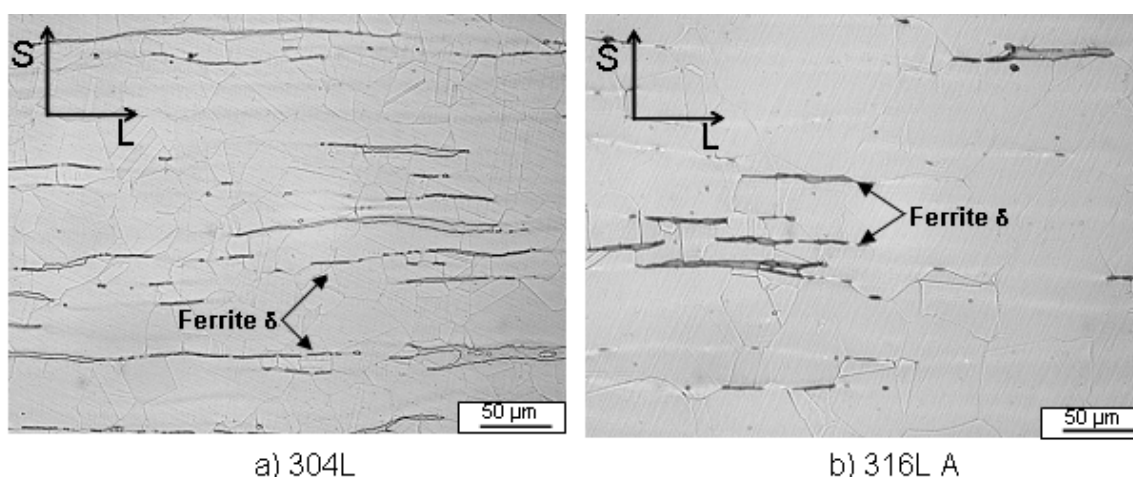
Nous avons vu que les aciers inoxydables peuvent être sensibles à la transformation martensitique par écrouissage selon leur composition, la quantité de déformation plastique et la température à laquelle survient la déformation. La martensite d'écrouissage est généralement de type  $\alpha'$ . La martensite  $\varepsilon$  n'est obtenue par écrouissage que si l'EDE est inférieure à 30 mJ.m<sup>-2</sup> (Bavay 1990). L'EDE des aciers 304L et 316L B sont similaires, avec des valeurs respectives de 24 mJ.m<sup>-2</sup> et de 26 mJ.m<sup>-2</sup>. L'EDE calculée pour l'acier 316L A est très proche du seuil des 30 mJ.m<sup>-2</sup>. Au vu de ces valeurs, il faudra donc envisager la formation de martensite  $\varepsilon$  lors de l'écrouissage des trois matériaux.

### 3.1.1.2. Microstructure

Les aciers inoxydables étudiés sont austénitiques. La phase austénitique, métastable, a été stabilisée à température ambiante par un traitement d'hypertrempe. La microstructure est donc majoritairement austénitique avec éventuellement la présence de ferrite résiduelle.

#### 3.1.1.2.1 Phases en présence

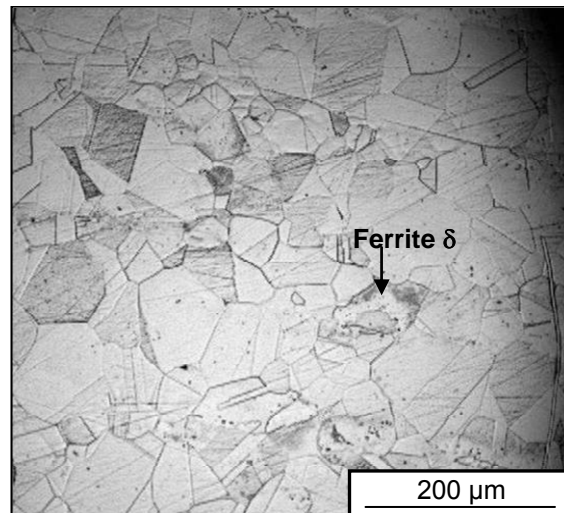
Les tôles en acier 304L et en acier 316L A ont subi un traitement thermique d'austénitisation à 1050°C puis ont été trempées à l'eau. La tôle en acier 316L B a été remise en solution à 1150°C pendant 30 minutes puis trempée dans un jet d'argon. Ces opérations d'austénitisation et de trempe sont réalisées pour homogénéiser la phase austénitique. La microstructure résultante est caractérisée par une taille de grains de 60  $\mu\text{m}$  pour l'acier 304L, 90  $\mu\text{m}$  pour l'acier 316L A et 50  $\mu\text{m}$  pour l'acier 316L B.



**Figure 3-1 : Microstructure à cœur des aciers 304L et 316L A (Tribouilloy 2007a)**

Les observations de la microstructure en microscopie optique confirment la présence de bandes de ferrite  $\delta$  parallèles à la direction de laminage (Figure 3-1). Les aciers étudiés sont donc biphasés :

- une phase austénitique de structure cubique à faces centrées,
- une phase ferritique de structure cubique centrée.

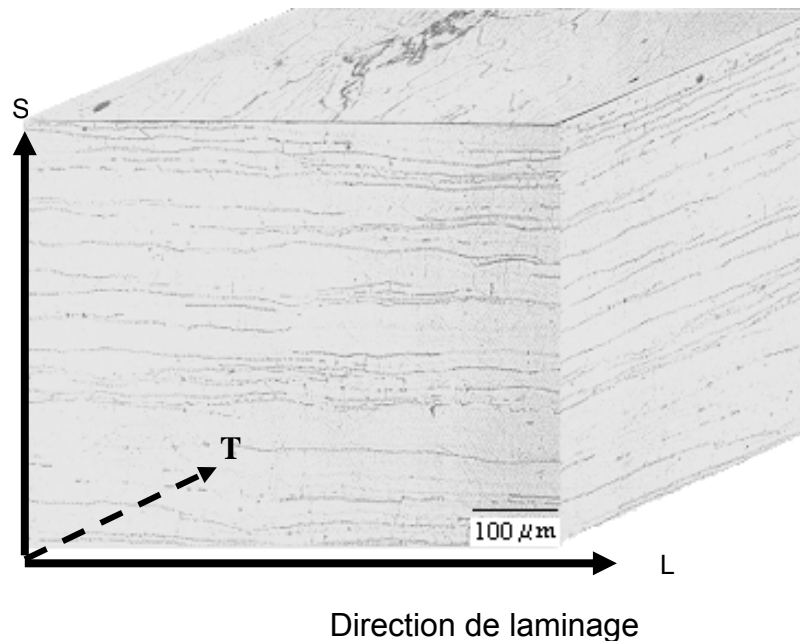


**Figure 3-2 : Microstructure à cœur de l'acier 316L B (Rousseau 2011)**

La microstructure de l'acier 316L B est présentée Figure 3-2. Peu de phase ferritique est observée dans le plan de coupe, vraisemblablement TL.

#### 3.1.1.2.2 Quantification

Les aciers étudiés ne sont pas homogènes, la teneur en ferrite est différente à cœur et en peau. Dans la suite, les éprouvettes de CSC comme les éprouvettes pour essais mécaniques seront prélevées à cœur. Aussi seule la microstructure à cœur est présentée ici. Couvant (Couvant 2004a) puis Tribouilloy-Buisse (Tribouilloy 2007a) ont fourni des descriptions détaillées de la microstructure des aciers 304L et 316L A en peau et à cœur (Figure 3-3).



**Figure 3-3 : Représentation 3D de la microstructure à cœur de l'acier 304L non écroui (Tribouilloy 2007a)**

La teneur en ferrite peut être mesurée expérimentalement (ferritscope ou RX) ou évaluée à l'aide du diagramme de Schaeffler à partir des rapports de Ni équivalent et de Cr équivalent.

D'après les mesures ferromagnétiques réalisées (Tribouilloy 2007a), (Herms 2008), la teneur en ferrite résiduelle à cœur est inférieure à 5% pour l'acier 304L et inférieure à 1% pour les aciers 316L A et 316L B.

Les teneurs en Ni équivalent (3-2) et en Cr équivalent (3-3) ont été calculées pour les aciers 304L, 316L A et 316L B avec les formules de Guiraldencq et Pryce (Bavay 1990) et les résultats (Tableau

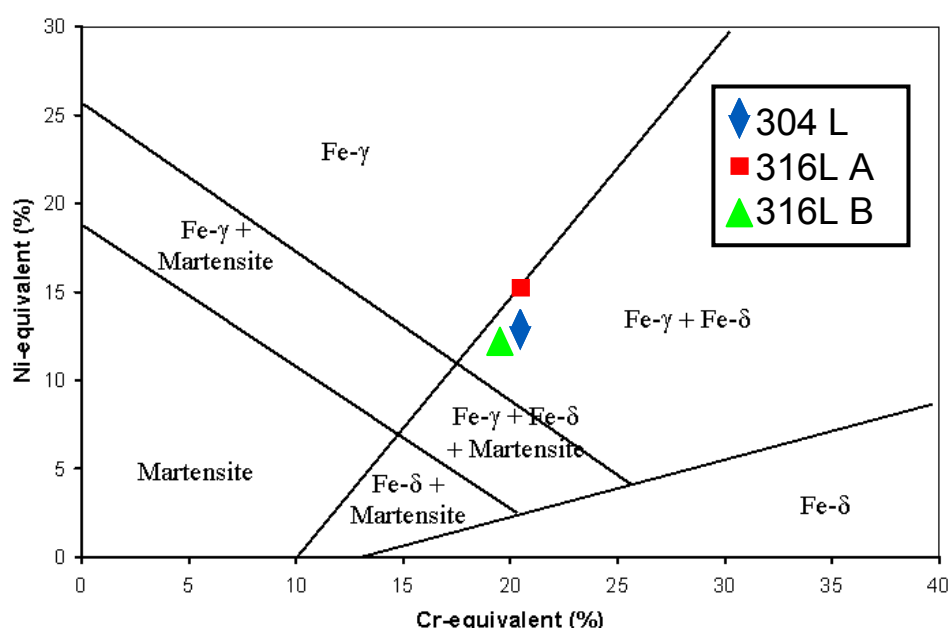
3-3) ont été reportés dans un diagramme de Schaeffler (Figure 3-4).

$$\text{Cr-équivalent} = (\% \text{Cr}) + (\% \text{Mo}) + 1.5(\% \text{Si}) + (\% \text{Nb}) + 10(\% \text{Ti}) \quad 3-2$$

$$\text{Ni-équivalent} = (\% \text{Ni}) + 30(\% \text{C}) + 30(\% \text{N}) + 0.5(\% \text{Mn}) \quad 3-3$$

**Tableau 3-3 : Teneurs en Chrome équivalent et en Nickel équivalent**

	<i>Cr-équivalent (% massique)</i>	<i>Ni-équivalent (% massique)</i>
<b>304L</b>	20,3	12,9
<b>316L A</b>	20,5	15,2
<b>316L B</b>	19,5	12,1



**Figure 3-4 : Positionnement des aciers 304L, 316L A et 316L B dans un diagramme de Schaeffler (Bavay 1990)**

Il apparaît que l'acier 316L A est à la frontière du domaine purement austénitique, ce qui est cohérent avec une teneur en ferrite faible (<1%) tandis que l'acier 304L est dans le domaine mixte  $\gamma + \delta$  (Figure 3-4). D'après le diagramme de Schaeffler, l'acier 316L B semble plus proche de l'acier 304L que de l'acier 316L A en ce qui concerne la teneur en ferrite.

La relation empirique de Massoud (Massoud 1991), établie pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques contenant 4 à 25% de ferrite, permet d'estimer de façon approximative la teneur en ferrite des différents aciers.

$$\delta = 21,8 R^2 - 5,96 R + 3,39 \quad 3-4$$

$$\text{avec } R = [(\% \text{Cr}) + (\% \text{Mo}) + 0,065 (\% \text{Si}) - 17,6] / [(\% \text{Ni}) + 20(\% \text{C}) + 0,08(\% \text{Mn}) - 5,18] \quad 3-5$$

Les valeurs calculées pour les deux aciers de type 316L sont éloignées des valeurs expérimentales, ce qui s'explique par une teneur en ferrite inférieure au domaine d'application de la formule de Massoud (3-4). D'après les mesures réalisées aux RX, l'acier 304L est dans la limite basse de validité de la formule de Massoud. La valeur estimée par cette formule est alors de 4,6% ce qui est proche de la valeur estimée à l'aide du diagramme de Schaeffler.

Le Tableau 3-4 résume les teneurs en ferrite résiduelle pour chaque acier étudié.

Tableau 3-4 : Teneurs en ferrite résiduelle à cœur (% massique) - Etat de réception

	<i>Ferritscope</i>	<i>DRX</i>	<i>Diagramme de Schaeffler</i>	<i>Relation empirique [Massoud]</i>
<b>304L</b>	4,9	3,9	5	4,6
<b>316L A</b>	<1	<1	0	3,1
<b>316L B</b>	<1	<2	5	3,2

La transformation martensitique par refroidissement rapide depuis 1050-1100°C débute à partir de la température  $M_s$  qui dépend des teneurs en éléments d'alliage des aciers. Plusieurs relations empiriques ont été proposées pour calculer la température  $M_s$  : relation d'Eichelmann et Hull (3-6) et relation de Pickering (3-7) (Eichelmann 1953), (Pickering 1984).

$$M_{s(\text{Eichelmann et Hull}, ^\circ\text{C})} = 1305 - 1665(\%C + \%N) - 33(\%Mn) - 28(\%Si) - 61(\%Ni) - 42(\%Cr) \quad \mathbf{3-6}$$

$$M_{s(\text{Pickering}, ^\circ\text{C})} = 502 - 810(\%C) - 1230(\%N) - 13(\%Mn) - 30(\%Ni) - 12(\%Cr) - 54(\%Cu) - 6(\%Mo) \quad \mathbf{3-7}$$

De plus, des relations empiriques proposées par Angel (3-8) (Angel 1954) et Pickering (3-9) (Pickering 1984) permettent de calculer  $M_{d30}$ , température à laquelle une déformation vraie de 30% produit 50% de martensite d'écrouissage.

$$M_{d30}(\text{Angel}, ^\circ\text{C}) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad \mathbf{3-8}$$

$$M_{d30}(\text{Pickering}, ^\circ\text{C}) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad \mathbf{3-9}$$

L'ensemble des températures de transformation martensitique calculées avec les équations précédentes pour les aciers 304L, 316L A et 316L B est reporté dans le Tableau 3-5.

Tableau 3-5 : Températures de transformation martensitique des aciers 304L, 316L A et B

<i>Aciers</i>	$M_{d30}$ <i>Angel (°C)</i>	$M_{d30}$ <i>Pickering (°C)</i>	$M_s$ <i>Eichelman (°C)</i>	$M_s$ <i>Pickering (°C)</i>
<b>304L</b>	-3	-18	-293	-142
<b>316L A</b>	-40	-82	-353	-189
<b>316L B</b>	16	-5	-142	-73

La formule d'Eichelman donne des valeurs de  $M_s$  inférieures au zéro absolu pour deux des nuances étudiées. Elle semble donc peu adaptée aux aciers de cette étude, peu sensibles à la transformation martensitique sans écrouissage. On préférera la formule de Pickering pour évaluer  $M_s$ .

L'acier 316L A apparaît peu sensible à la transformation martensitique par écrouissage, au contraire de l'acier 304L et surtout de l'acier 316L B. Des mesures réalisées par DRX ont confirmé une teneur en phase ferritique (ferrite et martensite) inférieure au seuil de détection (soit 1%) pour l'acier 316L A pré-déformé de 36% par traction. Elle vaut environ 4% pour l'acier 304L pré-déformé de 36% par traction ce qui correspond à la teneur en ferrite  $\delta$  avant pré-déformation. Au contraire, la teneur en ferrite de l'acier 316L B est évaluée à l'état de réception inférieure à 2% (DRX). Après une réduction d'épaisseur de 40% par laminage, la teneur en phase ferritique (ferrite et martensite) est mesurée par DRX et est toujours estimée inférieure à 2%. Les mesures par DRX ne permettent pas d'identifier une évolution de la teneur en phase ferritique après une pré-déformation par traction de 36% de l'acier 316L B. L'acier 316L B est donc peu sensible à la transformation martensitique, contrairement aux prévisions basées sur la valeur de  $M_{d30}$ . De plus, les mesures par DRX n'ont pas permis d'identifier la présence de martensite  $\epsilon$ .



### 3.1.1.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale

Des études antérieures, réalisées à EDF, (Couvant 2004b), (Tribouilloy 2007a) ont permis de vérifier que les caractéristiques mécaniques en traction à l'état de réception sont homogènes et isotropes dans le plan de la tôle. Elles sont donc indépendantes du sens de prélèvement des éprouvettes (L ou T) au sein des tôles laminées.

Les caractéristiques mécaniques en traction à l'état de réception, à température ambiante et à 360°C, sont données dans le Tableau 3-6. Elles sont similaires pour les aciers 304L et 316L A à 20°C comme à 360°C et satisfont aux spécifications. L'acier 316L B présente à 360°C une limite d'élasticité supérieure aux deux autres aciers de l'étude. Par contre, son allongement à rupture à 360°C est plus faible que pour les deux autres aciers. On remarquera que les valeurs de la résistance mécanique sont équivalentes à 360°C.

Tableau 3-6 : Propriétés mécaniques à l'état de réception

	Acier	coulée	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	El. (%)
20°C	304L	T2575	247	582	60
	316L A	XY183	255	553	63
	316L B	43973	239	582	75
	spécifications RCCM-M220		> 170	>500	>45
360°C	304L	T2575	157	449	40
	316L A	XY183	147	445	42
	316 L B	43973	175	438	29
	spécifications RCCM-M220 à 350°C		> 105		

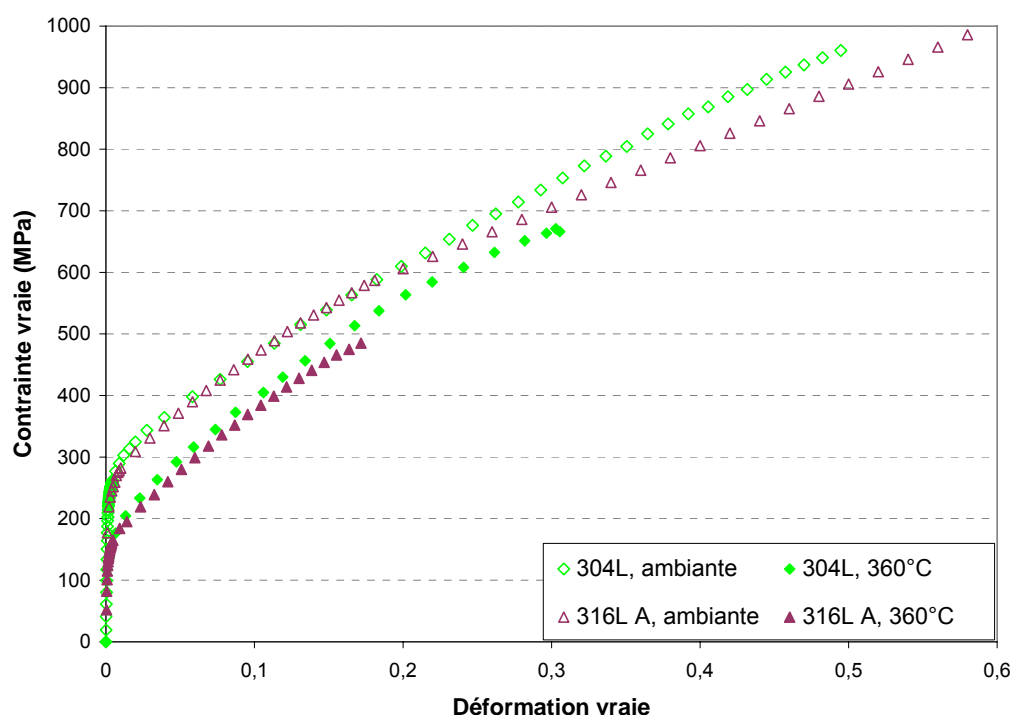


Figure 3-5 : Propriétés mécaniques en traction uniaxiale des aciers 304L et 316L A - Etat hyperefforté - Comparaison à l'ambiante et à 360°C

A l'ambiante et à 360°C, la limite d'élasticité de l'acier 316L A hyperefforté est légèrement inférieure à celle de l'acier 304L. A l'ambiante, les courbes d'écrouissage des aciers 304L et 316L A présentent des courbures comparables jusqu'à une déformation vraie égale à 0,2 puis divergent (Figure 3-5). A 360°C, l'écrouissage de ces deux matériaux est comparable jusqu'à une déformation vraie de 0,10 (Figure 3-5).

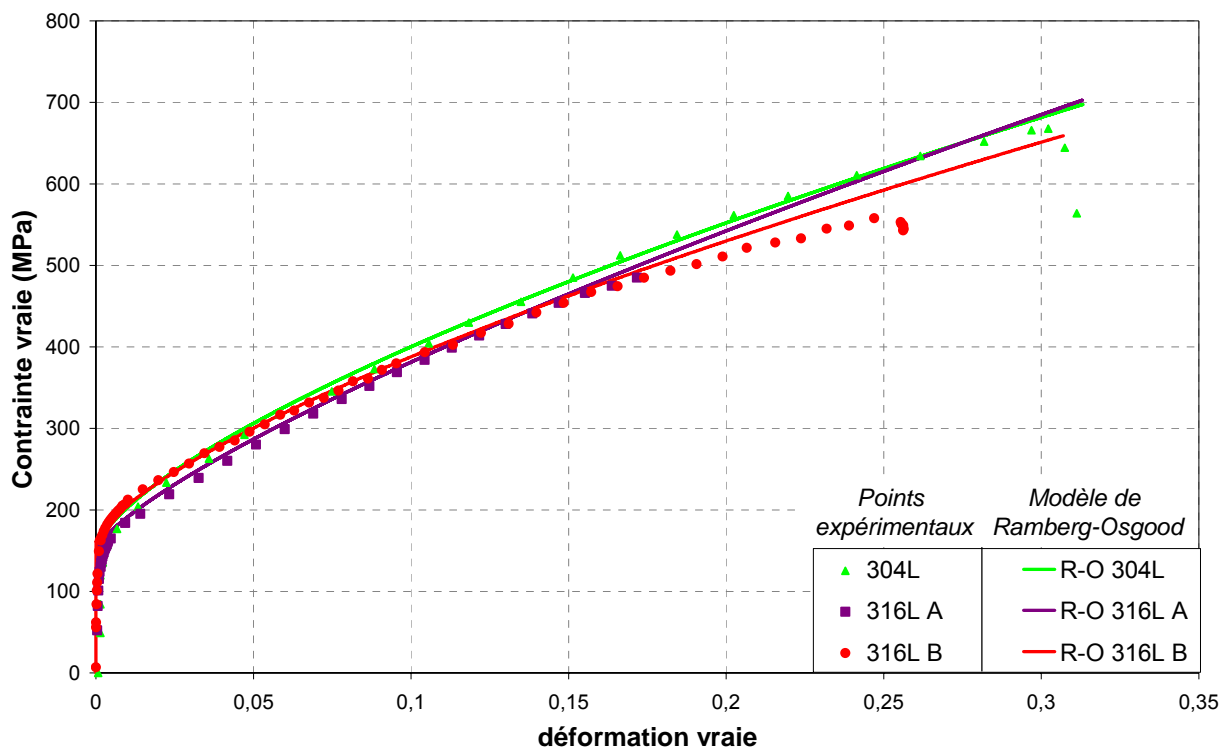
Les aciers 304L, 316L A et B se durcissent globalement de façon semblable au cours de l'écroutissage pour des niveaux de déformation peu élevés. On peut modéliser leur comportement mécanique à 360°C, par une loi du type Ramberg-Osgood (3-10) (Lemaitre 1988). Les paramètres optimisés, présentés dans le Tableau 3-7, sont satisfaisants.

$$\sigma = R_{p0,2} + K_Y \varepsilon_p^{1/n} \quad 3-10$$

avec  $R_{p0,2}$  la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique,  $K_Y$ , le coefficient de résistance plastique,  $n$  le coefficient d'écroutissage et  $\varepsilon_p$  la déformation plastique.

**Tableau 3-7 : Valeurs des paramètres de la loi de Ramberg-Osgood pour la modélisation du comportement en traction à 360°C, des aciers 304L et 316L (Couvant 2004b), (Tribouilloy 2007a)**

	$R_{p0,2}$ (MPa)	$K_Y$ (MPa)	$n$
<b>304L</b>	157	1220	1,44
<b>316L A</b>	155	1350	1,3
<b>316L B</b>	160	1140	1,43



**Figure 3-6 : Courbes simulées obtenues à l'aide d'un modèle de Ramberg-Osgood (R-O) à 360°C des aciers 304L, 316L A et B - Etat hypereuré**

A 360°C, la limite d'élasticité du 316L B est identique à celle du 304L, mais la saturation intervient plus rapidement pour l'acier 316L B que pour l'acier 304L (Figure 3-6). Pour les grandes déformations, le comportement de l'acier 316L B rejoint celui de l'acier 316L A.

### 3.1.2. Pré-déformation par traction à froid pour les aciers 304L, 316L A et B

A l'état de réception, les propriétés mécaniques des tôles étudiées sont isotropes dans le plan de la tôle, i.e. plan (TL) (Figure 3-7).

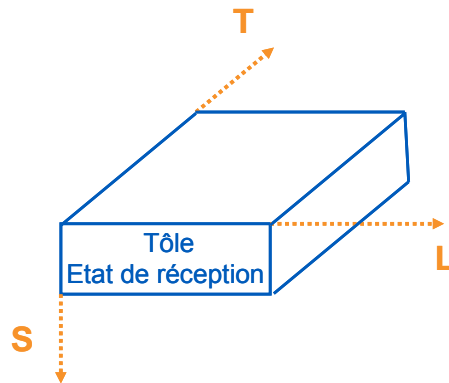


Figure 3-7 : Directions S, L et T d'une tôle laminée

On suppose que les matériaux étudiés dans ce travail vérifient le critère de Von Mises pour la détermination du seuil de plasticité. La surface de charge  $f(\sigma)$  est une fonction de l'espace des contraintes à valeurs réelles dont la valeur zéro. Dans notre cas,  $f(\sigma) = J(\sigma) = 0$  définit donc le seuil de plasticité avec  $J(\sigma)$  la contrainte équivalente de Von Mises.

Si le matériau est maintenant déformé suivant une direction particulière, les propriétés mécaniques ne seront plus isotropes : la surface de charge du matériau est dilatée et déplacée dans la direction de sollicitation (Figure 3-8) (Lemaitre 1988). Imaginons que l'axe L soit l'axe 1 et l'axe T soit l'axe 2. Dans le plan des contraintes principales  $(\sigma_1, \sigma_2)$ , la projection de la surface de charge du matériau est un cercle. Une fois le matériau écroui par un chargement suivant l'axe 1, la projection de la surface de charge sera dilatée par la partie isotrope de l'écrouissage. Elle pourra également être traduite par la contribution de l'écrouissage cinématique. Pour cette raison, il convient de bien définir les propriétés mécaniques après pré-déformation, et ce d'autant plus que l'écrouissage sera associé à un changement de direction de sollicitation.

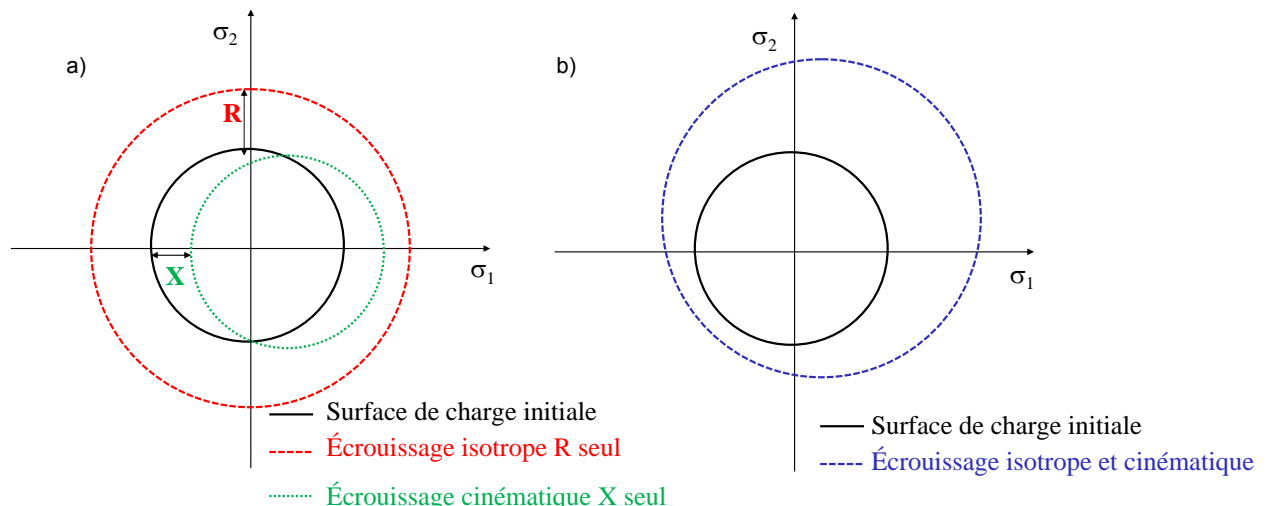


Figure 3-8 : Evolution d'une surface de charge dans le plan des contraintes principales (a) avec une seule variable d'écrouissage (isotrope ou cinématique), (b) avec écrouissage isotrope et cinématique

Deux procédés d'écrouissage différents (traction et laminage) ont été mis en œuvre et les éprouvettes ont ensuite été prélevées de façon à ce que le trajet de déformation séquentiel vu par le matériau soit complexe. L'écrouissage par traction jusqu'à un allongement de 11%, 26% ou 36% est noté respectivement T(11%), T(26%) et T(36%). L'écrouissage par laminage jusqu'à réduction d'épaisseur 40% est noté L(40%). L'étude de l'influence du pré-écrouissage associé à une modification du trajet de chargement sur les courbes de traction est réalisée et présentée ci-après.

### 3.1.2.1. Préparation et prélèvement des éprouvettes écrouies par traction

Des barreaux sont prélevés dans les tôles des aciers 304L, 316L A et B dans la direction T ou la direction L, toutes deux équivalentes du point de vue des propriétés mécaniques initiales. Les barreaux sont pré-déformés par traction à l'ambiante jusqu'à atteindre des allongements respectifs de 11%, 26% ou 36% au laboratoire Mécanique (EDF/Renardières/MMC). La vitesse de déformation est de l'ordre de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Deux directions de prélèvement des éprouvettes sont testées : perpendiculairement à l'axe du barreau ( $\beta = -0,5$ ) ou à  $45^\circ$  ( $\beta = 0,25$ ) (Figures 2-52 et 2-53).

### 3.1.2.2. Microstructure après pré-déformation

Selon les formules de Pickering (3-7) et (3-9) (Pickering 1984), les aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L B peuvent être sujets à une transformation martensitique induite par la déformation. Toutefois ni les mesures ferromagnétiques ni celles réalisées par diffraction des rayons X n'ont montré la présence significative de phase martensitique  $\alpha'$  après cette phase de pré-déformation par traction pour les aciers 304L et 316L B (Tableau 3-8). L'absence de phase martensitique est également vérifiée pour l'acier 316L A T(36%). De plus, les mesures par DRX n'ont pas permis d'identifier la présence de martensite  $\varepsilon$ .

**Tableau 3-8 : Teneur en martensite  $\alpha'$  après pré-déformation par traction à l'ambiante des aciers 304L, 316L A et B**

	<i>Ecrouissage</i>	<i>Déformation généralisée</i>	<i>Ferritscope</i>	<i>DRX</i>
<b>304L</b>	Traction 36%	0,307	<1	<1
<b>316L A</b>	Traction 36%	0,307	<1	<1
<b>316L B</b>	Traction 36%	0,307	-	<1

Ces mesures sont cohérentes avec une précédente étude métallurgique (Bouget 2000) sur l'effet de l'écrouissage sur la microstructure de l'acier 304L de notre étude. Aucune évolution de la teneur en phase ferromagnétique n'est observée lorsque l'acier 304L est écroui par traction jusqu'à 20% de déformation : elle reste stable à une valeur de 4% environ. Bouget observe, pour l'acier 304L écroui par laminage croisé, une très nette augmentation de la teneur en phases ferromagnétiques (mesures par RX) à partir d'une déformation généralisée de 0,30 qu'il corrèle avec l'apparition de la martensite d'écrouissage. Pour le même acier 304L écroui par traction T(36%), soit une déformation généralisée de 0,31, nous vérifions que la teneur en phase ferromagnétique n'est pas modifiée par rapport à l'état de réception : la présence de martensite d'écrouissage n'a pas été détectée par RX jusqu'à 36% de déformation par traction.

### 3.1.2.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale

Lorsqu'un acier pré-déformé par traction est à nouveau sollicité en traction sans changement du trajet de chargement, la limite d'écoulement augmente en suivant la courbe de traction initiale et les contributions isotropes et cinématiques de l'écrouissage ne peuvent être identifiées. Par contre, lorsqu'on modifie le trajet de chargement, chacune des contributions peut alors être évaluée et les différents paramètres de la loi de comportement peuvent être identifiés. Les propriétés mécaniques obtenues à 360°C après pré-déformation à l'ambiante et changement du trajet de déformation sont rapportées dans le Tableau 3-9.

Tableau 3-9 : Propriétés mécaniques à 360°C à l'état pré-déformé par traction à l'ambiante

Matériau	Allongement par traction (%)	Chemin de déformation	E (GPa)	R <sub>p0,2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)
304L	11%	90°	147	391	515
	26%	90°	151	459	602
	36%	45°	152	611	677
		90°	161	496	617
316L A	11%	90°	149	368	504
	26%	90°	153	447	564
	36%	45°	156	561	623
		90°	173	478	635
316L B	36%	90°	159	497	615

Ces caractéristiques nous donnent des informations sur l'effet du chemin de déformation ainsi que des points de comparaison entre les trois aciers inoxydables de notre étude. De façon générale, l'écroissage préalable augmente la limite d'écoulement du matériau ainsi que la résistance mécanique. On observe pour les aciers 304L et 316L A que la limite d'écoulement est plus élevée avec un changement de direction de sollicitation de 45° qu'avec un changement de direction de sollicitation de 90°. Sur les courbes présentées Figure 3-9 et Figure 3-10, l'origine des courbes de traction des matériaux pré-déformés est décalée du niveau de la déformation plastique imposée au cours du premier chargement en considérant la pré-déformation comme la conséquence d'un écroissage isotrope uniquement. Cette hypothèse facilite la comparaison des courbes d'écroissage. On remarquera que le pré-écroissage associé à un changement de direction de sollicitation provoque un durcissement de l'acier 304L par rapport à la courbe d'écroissage monotone. Au contraire, un léger adoucissement est observé pour l'acier 316L A.

Un fort effet du trajet de chargement est observé pour l'acier 304L pour les faibles pré-déformations. Cet effet diminue avec le taux d'écroissage. Pour l'acier 316L A, l'effet du trajet de chargement est inverse à celui observé pour l'acier 304L. Il est également plus faible.

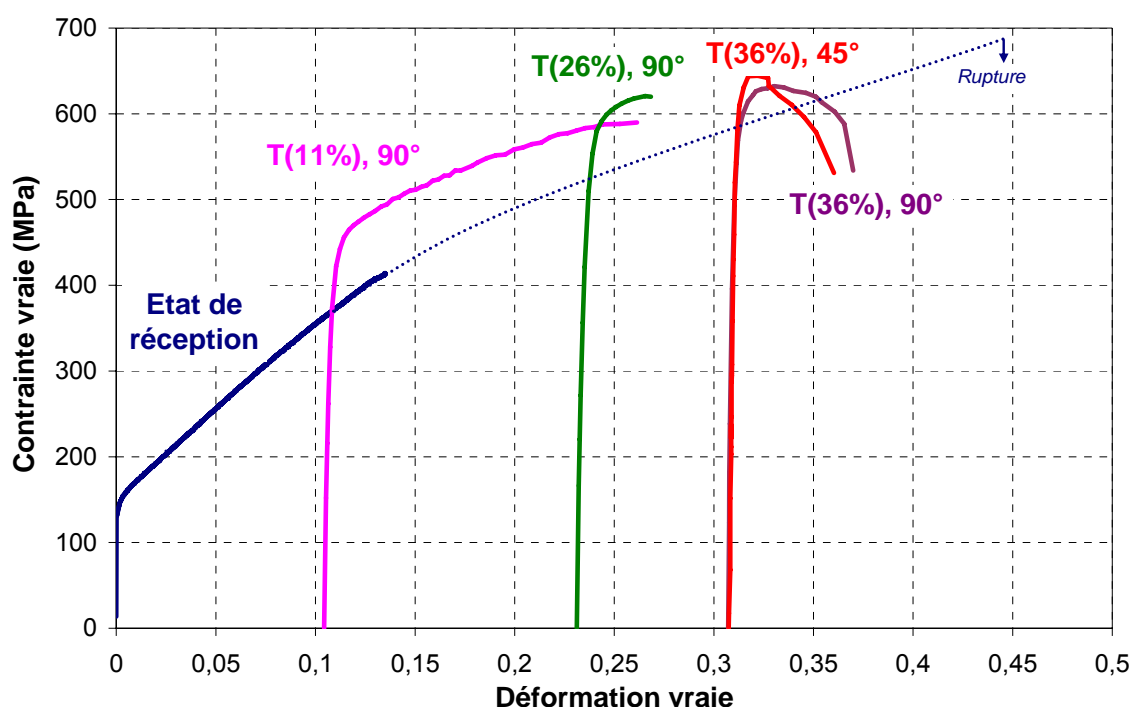


Figure 3-9 : Courbes de traction obtenues sous air à 360°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , sur l'acier 304L avec et sans pré-déformation par traction à l'ambiante

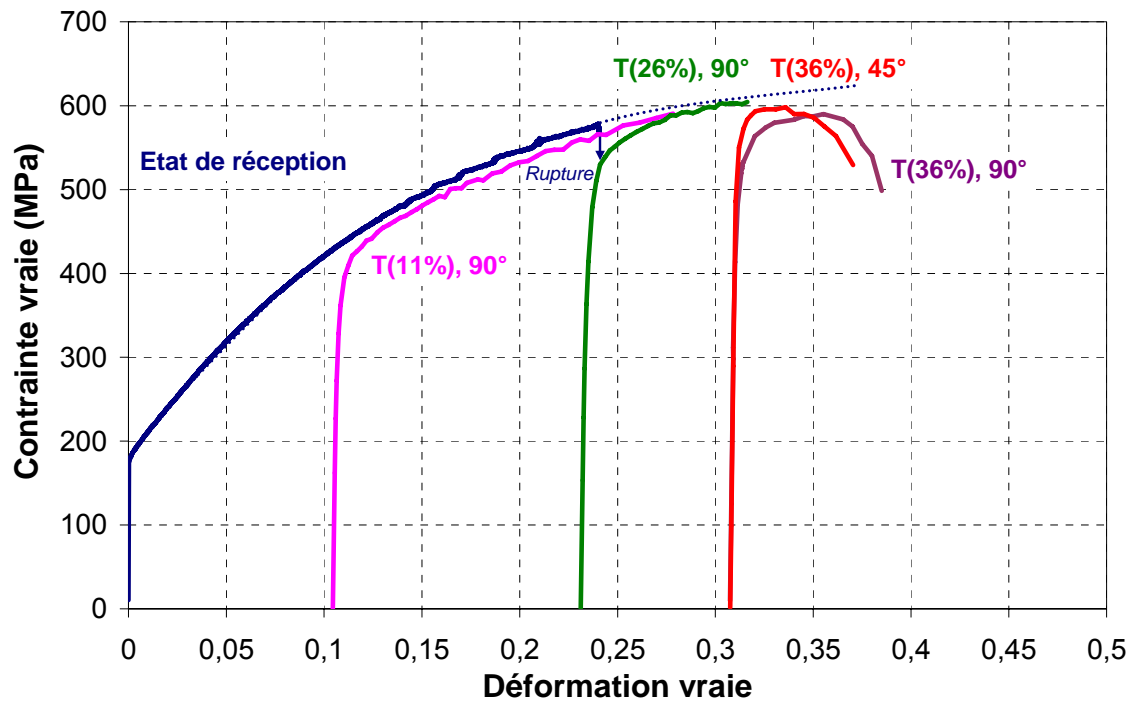


Figure 3-10 : Courbes de traction obtenues sous air à 360°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , sur l'acier 316L A avec et sans pré-déformation par traction à l'ambiante

Si on compare les trois aciers pour une pré-déformation par traction de 36% et un changement de direction de sollicitation de 90°, l'acier 304L et l'acier 316L B ont la même limite d'écoulement  $R'p_{0,2}$  tandis que l'acier 316L A se distingue par une valeur du  $R'p_{0,2}$  légèrement plus faible (Figure 3-11).

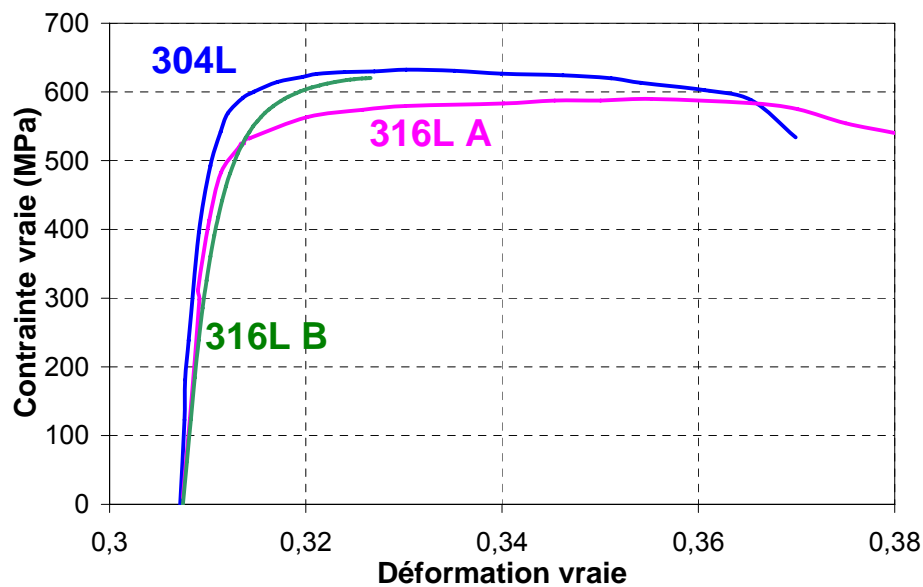


Figure 3-11 : Courbes de traction sous air à 360°C,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , des aciers 304L, 316L A et 316L B pré-déformés par traction T(36%) à l'ambiante

### 3.1.3. Pré-déformation par laminage à froid pour les aciers 304L, 316L A et B

#### 3.1.3.1. Préparation et prélèvement des éprouvettes écrouies par laminage

Un laminage unidirectionnel est réalisé à froid sur un barreau jusqu'à une réduction d'épaisseur de 40% soit une déformation généralisée (DG) de 60% selon la formule (3-11) (Guerre 2007).

$$DG = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{h_0}{h_1} \quad 3-11$$

avec  $h_0$  = épaisseur initiale,  
 $h_1$  = épaisseur finale.

L'acier 316L A est laminé unidirectionnellement avec une réduction d'épaisseur de 0,1 mm par passe jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur soit un total de 120 passes. L'acier 316L B est laminé unidirectionnellement en trois passes sur un laminoir industriel au CEA. Les éprouvettes sont ensuite prélevées perpendiculairement à la direction de laminage (Figure 3-12).

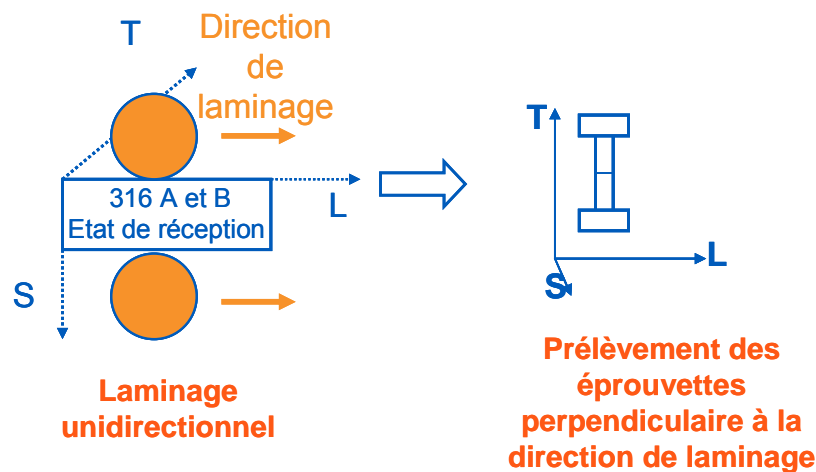


Figure 3-12 : Laminage et prélèvement des éprouvettes en acier 316L A et B

#### 3.1.3.2. Microstructure

Des mesures réalisées en DRX ont évaluée comme étant inférieure à 2% la teneur totale en phase ferritique de l'acier 316L B pré-déformé par laminage à l'ambiante jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur. Il n'y a pas de variation quantifiable de la teneur en phase ferritique avant et après laminage. On considérera donc comme nulle la teneur en martensite  $\alpha'$ . De même, la teneur en martensite de l'acier 316L A pré-déformé par laminage est inférieure au seuil de détection. L'ensemble des mesures de phase martensitique  $\alpha'$  est synthétisé dans le Tableau 3-10. A titre de comparaison, des mesures réalisées sur l'acier 304L à l'état laminé (Tribouilloy 2007a), que nous n'avons pas étudié, ont été ajoutées.



Tableau 3-10 : Mesure de la teneur en martensite d'écrouissage  $\alpha'$  après pré-déformation à l'ambiante

	Ecrouissage	Déformation généralisée	Ferritscope	DRX
304L	Laminage croisé 30%	0,41	2	11
	Laminage croisé 40%	0,59	7	13
316L A	Traction 36%	0,31	<1	<1
	Laminage	0,59	<1	<1
	Traction 36%	0,31	<1	<1
316L B	Laminage unidirectionnel 30%	0,41	<1	
	Laminage unidirectionnel 40%	0,59	<5	<2
	Traction 36%	0,31	-	<2

### 3.1.3.3. Comportement mécanique en traction uniaxiale

Les propriétés mécaniques des aciers 316L A et B laminés à 40% de réduction d'épaisseur sont données au Tableau 3-11.

Tableau 3-11 : Propriétés mécaniques à l'état laminé L(40%)

Acier	T(°C)	E(GPa)	R <sub>p0,2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A(%)
316L A L(40%)	20	199	721	890	32
	360	207	570	693	10
316L B L(40%) <sup>1</sup>	20	-	839	993	22
	340	159 <sup>2</sup>	709	819	12

<sup>1</sup> : Caractérisation mécanique réalisée au CEA (Hermes 2009b)

<sup>2</sup> : Valeur obtenue après dépouillement de la courbe de traction publiée par le CEA

Les déformations à rupture sont données à titre indicatif. En effet, les essais n'ont pas été réalisés sur des éprouvettes de même géométrie.

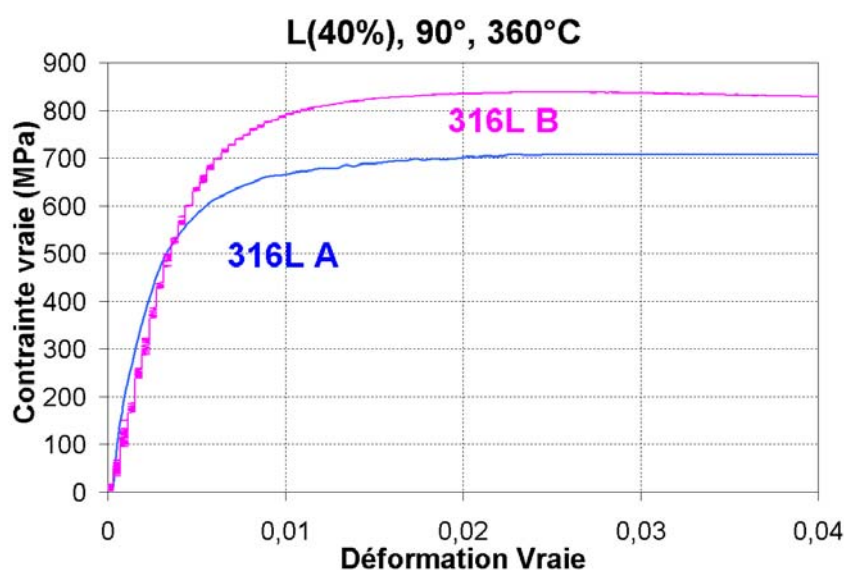


Figure 3-13 : Courbes de traction obtenue sous air à 360°C sur les aciers 316L A et B après pré-déformation par laminage à froid

On notera la différence significative du comportement en traction uniaxiale des deux matériaux laminés (Figure 3-13), avec un écart très significatif sur la valeur de la limite d'élasticité (Tableau 3-11). Ces différences sont vraisemblablement dues aux nombres de passes différents lors du laminage (120 passes pour l'acier 316L A contre 3 pour l'acier 316L B).

L'ensemble de ces données, complétées par une étude plus approfondie du comportement mécanique, permettra de travailler en vue de l'identification des lois de comportement nécessaires pour la simulation des trajets de chargement imposés lors des essais de CSC réalisés en autoclave. C'est ce que nous allons étudier dans la prochaine partie de ce travail.

## 3.2. Comportement mécanique

Trois campagnes d'essais mécaniques ont été réalisées en vue d'identifier les paramètres d'une loi de comportement macroscopique pour des aciers 304L et 316L A :

- une campagne d'essais de traction sur les aciers 304L et 316L A à l'état de réception à l'ambiante, à 325°C et à 360°C ;
- une campagne d'essais de traction (ambiante, 325°C, 360°C) sur les aciers 304L et 316L A après pré-déformation par traction de 0,31 (soit un allongement de 36%) et un changement de chemin de déformation défini par  $\beta = -0.5$  et  $\beta = 0,25$  ;
- une campagne d'essais oligocycliques à l'ambiante sur les aciers 304L et 316L A après pré-déformation par traction de 0,31 (soit un allongement de 36%) et un changement de chemin de déformation défini par  $\beta = -0.5$  et  $\beta = 0,25$ .

### 3.2.1. Conditions expérimentales

#### 3.2.1.1. Eprouvettes

Les essais de traction uniaxiale sur matériaux à l'état de réception sont réalisés sur des éprouvettes plates de longueur utile 34 mm.

Pour caractériser le comportement des aciers 304L et 316L A après écrouissage dans le cas d'un trajet de déformation complexe, des barreaux ont été écrouis par traction à la vitesse de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  jusqu'à un allongement de 36%. Les éprouvettes de traction sont prélevées dans ces barreaux après pré-écrouissage avec un angle de 90° ou de 45°, de façon à caractériser deux trajets de chargement complexes. Pour les matériaux pré-déformés, les éprouvettes de traction sont des éprouvettes plates de longueur utile 24 mm. La longueur utile a été diminuée par rapport aux éprouvettes de la campagne sur matériaux à l'état de réception du fait des dimensions des barreaux écrouis.

Les essais de fatigue oligocyclique sont réalisés sur des éprouvettes axisymétriques filetées de diamètre 7 mm.

#### 3.2.1.2. Dispositifs expérimentaux

##### 3.2.1.2.1 Essais de traction

La première campagne d'essais a porté sur les aciers 304L et 316L A à l'état de réception. Les essais sont réalisés sur une machine de traction servo-hydraulique MTS avec une cellule de force de 100 kN. Un four à lampe « une zone » a été utilisé. La température est régulée sur le thermocouple soudé au milieu de la partie utile de l'éprouvette. Deux autres thermocouples soudés en haut et en bas de la partie utile ont permis de mesurer une variation de 15°C sur la longueur de la partie utile (34 mm) en dépit de l'utilisation de laine de roche et d'un moufle autour de l'éprouvette, soit un gradient thermique de  $0,44^\circ\text{C}.\text{mm}^{-1}$ . En raison du glissement des branches en alumine de l'extensomètre haute température, une méthode d'extensométrie sans contact, basée sur le suivi de marqueurs à partir d'images acquises par caméra CCD, a été utilisée. Il s'agit d'outils d'analyse d'images (logiciel Agnes) reposant sur le suivi de positions de points homologues entre deux images obtenues pour différents états mécaniques. Afin de repérer les points homologues, il faut définir un contraste de niveau de gris sur la surface des échantillons. Ce contraste est obtenu par le dépôt d'un mouchetis de peinture. Pour les essais à température ambiante, le meilleur contraste est obtenu pour un fond de peinture blanc et un mouchetis noir. En température, le mouchetis retenu est gris sur un fond noir, le tout en peinture spéciale haute température pouvant résister à 750°C.

La deuxième campagne d'essais a consisté en des essais de traction sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés à l'ambiante par traction jusqu'à un taux de 36%. Les essais sont réalisés sur éprouvettes de traction plates sur une machine de traction servo-hydraulique MTS avec une cellule de force de 100 kN. Des améliorations ont été apportées au protocole expérimental par rapport à la première campagne d'essais :

- utilisation d'un four à lampes « 3 zones » pour minimiser le gradient de température ( $\Delta\theta = \pm 3^\circ\text{C}$ ) sur la longueur de l'éprouvette soit un gradient de  $0,17^\circ\text{C}.\text{mm}^{-1}$ ,
- modification du procédé d'amarrage et utilisation de mors en demi-coquilles,
- extensométrie par suivi de marqueurs avec acquisition d'images par caméra CDD.

Comme précédemment, un mouchetis noir est réalisé sur un fond blanc pour les essais à la température ambiante, et sur un fond couleur aluminium pour les essais en température. En température, l'éclairage nécessaire à l'acquisition des images est assuré par les deux lampes du four. Or, en cours d'essai, l'éclairage varie, et ce d'autant plus que la vitesse de déformation est élevée, du fait de l'échauffement adiabatique de l'échantillon. Cette dernière difficulté semble inhérente à la méthode. Une piste pourrait être l'utilisation d'un spot externe très puissant. Une autre possibilité serait de travailler à puissance constante du four pendant l'essai. En fait, il faudrait déterminer la température du point chaud et « vérifier » que cette dernière est constante au cours de l'essai, car la zone de localisation plastique sera autour du point chaud. Cela signifie qu'il faut définir une base de mesure locale.

### 3.2.1.2.2 Essais oligocycliques

Les essais de CSC étant réalisés suivant un protocole de chargement de type trapézoïdal, il nous apparaît opportun de réaliser des essais de fatigue oligocyclique afin de caractériser le comportement des matériaux pour ce type de chargement. En effet, lors des essais de CSC, seule la mesure de la force est assurée. Afin de pouvoir correctement recalculer le comportement des matériaux, il nous faut connaître l'évolution de la réponse en déformation pour un effort donné.

Les essais sont réalisés sur éprouvettes axisymétriques sur une machine de traction servo-hydraulique MTS avec une cellule de force de 100 kN. Les essais ont été effectués à la température ambiante. Le suivi de la déformation de l'éprouvette a été réalisé par extensométrie classique avec un extensomètre MTS. Les essais oligocycliques de charge-décharge avec ou sans temps de maintien ont été réalisés en contrôle de charge à des vitesses représentatives des essais de CSC lors de la montée en charge du cycle trapézoïdal (de l'ordre de quelques  $\text{MPa}.\text{s}^{-1}$ ). Les vitesses de charge et de décharge varient d'un essai à l'autre puisque les temps de charge et de décharge sont fixés égaux à 1 min 30 s. Pour les essais hors milieu avec maintien, on reprendra les caractéristiques temporelles du cycle de chargement en milieu soit  $T_m = 57 \text{ min}$ ,  $T_{\text{charge}} = T_{\text{décharge}} = 1 \text{ min } 30 \text{ s}$ . La contrainte maximale a été choisie pour chaque matériau de façon à atteindre 1% de déformation totale lors du premier chargement.

## 3.2.2. Résultats des essais mécaniques

### 3.2.2.1. Essais de traction

#### 3.2.2.1.1 Etat de réception

La matrice des essais réalisés est présentée dans le Tableau 3-12.

**Tableau 3-12 : Matrice des essais de traction réalisés sur les aciers 304L et 316L A à l'état de réception**

<i>vitesse de déformation/ température</i>	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$
<b>20°C</b>	304L 316L A	304L 316L A	304L	304L 316L A
<b>325°C</b>	304L 316L A	304L 316L A		304L
<b>360°C</b>	316L A	304L 316L A	304L	304L 316L A

Les effets de la vitesse et de la température sont synthétisés Figure 3-14.

A l'ambiante, l'effet de la vitesse de déformation est bien marqué sur l'acier 304L : quand la vitesse de déformation augmente de  $10^{-4}$  à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la limite d'élasticité augmente et de façon générale la contrainte est plus élevée pour la même déformation. Le même phénomène est observé en température. Pour l'acier 316L A, la même tendance semble légèrement se dégager à l'ambiante : la limite d'élasticité augmente quand la vitesse de déformation augmente, avec des courbes contrainte-déformation peu différenciées entre  $10^{-3}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Pour les essais en température, la vitesse de déformation semble avoir peu d'effet sur la limite d'élasticité et sur la contrainte à 1% de déformation  $\sigma_{1\%}$ .

Malgré les problèmes associés à la maîtrise de la température au cours des essais, on constate un effet net de cette dernière sur le comportement des aciers 304L et 316L A avec une forte diminution de la contrainte d'écoulement avec l'augmentation de la température entre l'ambiante et 325 °C puis une stagnation entre 325°C et 360°C. A l'ambiante, les aciers 304L et 316L A ont des propriétés mécaniques similaires. Par contre, l'acier 316L A conserve de meilleures propriétés mécaniques (en particulier la limite d'élasticité) en température. Ce résultat est contradictoire avec celui du Tableau 3-9, ce qui peut s'expliquer par l'incertitude sur les valeurs des limites d'élasticité.

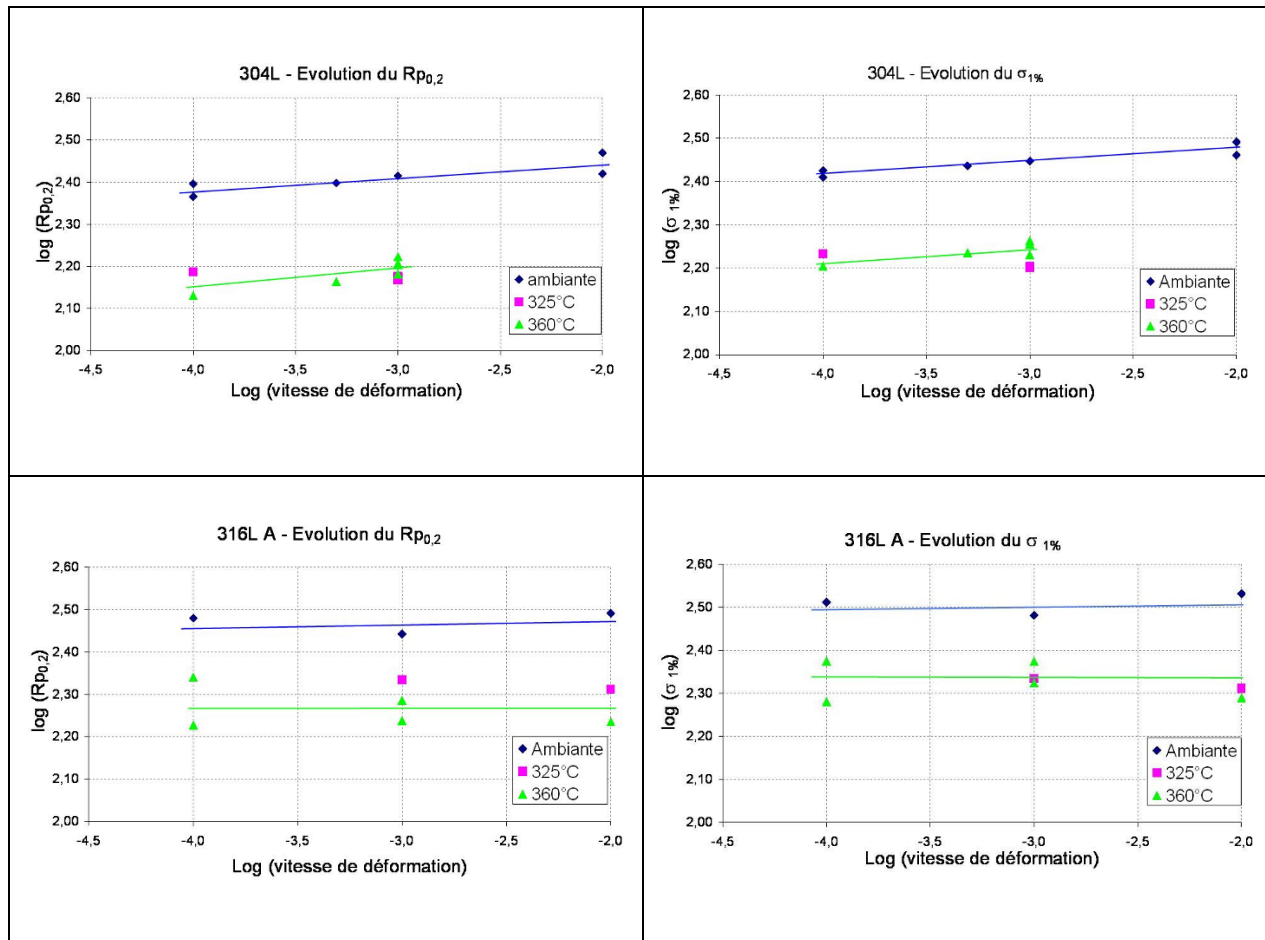


Figure 3-14 : Evolution de  $R_{p0.2}$  et de  $\sigma_{1\%}$  pour les aciers 304L et 316L A à l'état de réception

Le module de Young attendu est d'environ 200 GPa à l'ambiante et de 170 GPa à 360°C pour l'acier 316L A (Leclercq 2005). La détermination expérimentale du module de Young s'est révélée délicate en raison de la rapidité d'entrée dans le domaine de plasticité. Les valeurs mesurées (Tableau 3-13) sont inférieures aux valeurs attendues.

Tableau 3-13 : Valeurs expérimentales du module de Young à 20°C et 360°C pour les aciers 304L et 316L A à l'état de réception. Les valeurs non renseignées n'ont pas pu être mesurées.

Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	20°C		360°C	
	$E_{304L}$ (GPa)	$E_{316AL}$ (GPa)	$E_{304L}$ (GPa)	$E_{316AL}$ (GPa)
$10^{-2}$	184	207	-	171
$10^{-3}$	151	157	-	-
$10^{-4}$	168	167	-	-
Valeurs attendues (Lemaître 1988)	200	200	180	189
Valeurs attendues (Leclercq 2005)	-	198	-	170

3.2.2.1.2 Matériaux écrouis par traction  $T(36\%)$ 

La matrice des essais réalisés sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction  $T(36\%)$  est présentée dans le Tableau 3-14.

Tableau 3-14 : Matrice des essais de traction réalisés sur matériaux écrouis par traction  $T(36\%)$ 

Matériaux	$\alpha$	$T(36\%)$		
		$10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$10^{-2} \text{ s}^{-1}$
316L A	90°	ambiante	ambiante	ambiante
		325°C	325°C	325°C
		360°C	360°C	360°C
	45°	ambiante	ambiante	ambiante
		325°C	325°C	325°C
		360°C	360°C	360°C
304L	90°	ambiante	ambiante	ambiante
		360°C	325°C	325°C
			360°C	360°C
	45°	ambiante	ambiante	
		325°C	325°C	ambiante
		360°C	360°C	

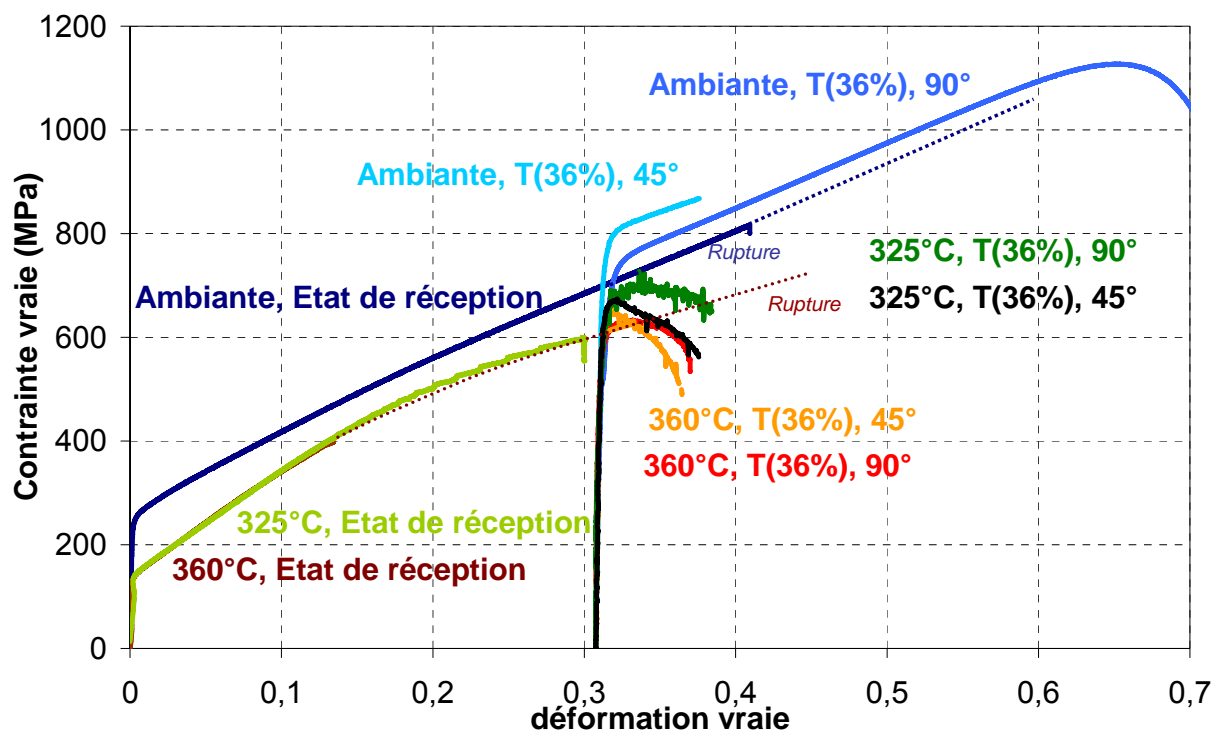


Figure 3-15 : Effet du trajet de chargement et de la température sur les propriétés mécaniques en traction pour l'acier 304L à l'état de réception et après une pré-déformation de 36% par traction,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

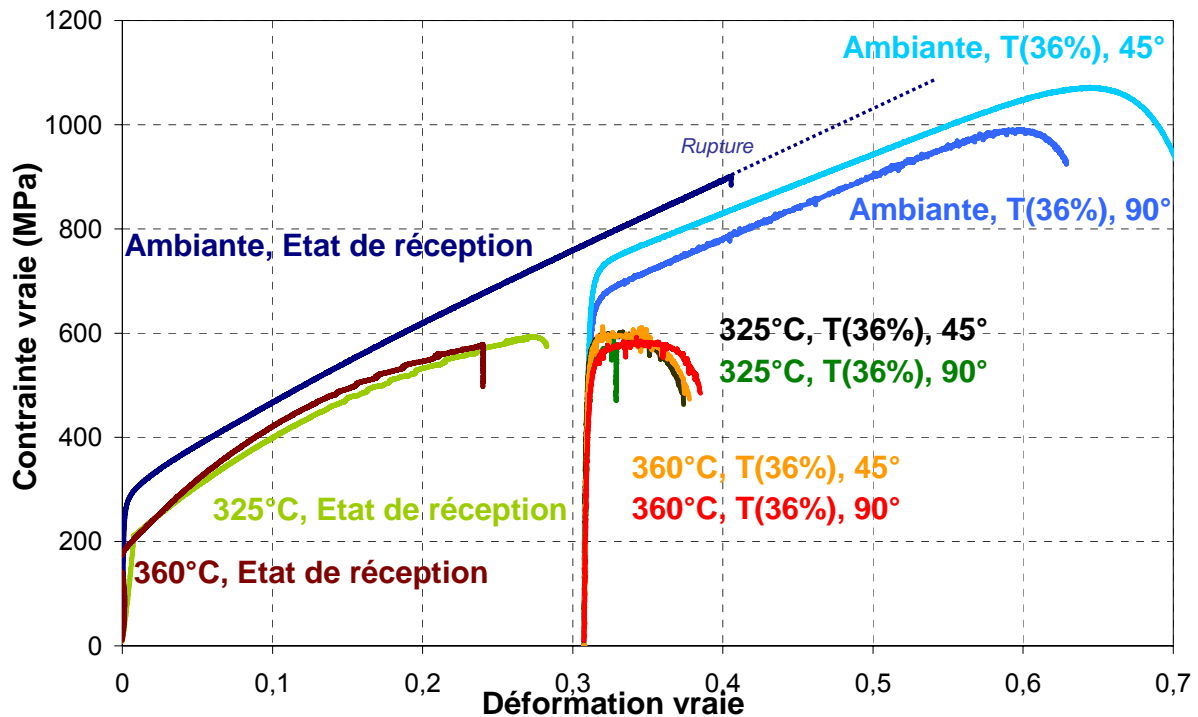


Figure 3-16 : Effet du trajet de chargement et de la température sur les propriétés mécaniques en traction pour l'acier 316L A à l'état de réception et après une pré-déformation de 36% par traction,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Compte tenu des difficultés d'extensométrie rapportées plus haut, les déformations n'ont pas pu être suivies jusqu'à la rupture. Certaines des courbes contrainte-déformation résultantes ont donc été tronquées (Figure 3-15 et Figure 3-16).

L'effet du changement de direction de chargement pour une vitesse de traction de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  est présenté Figure 3-15 et Figure 3-16. Afin de rendre compte de l'histoire du chargement, l'origine des courbes des matériaux pré-déformés est décalée du niveau de la déformation plastique imposée au cours du premier chargement en considérant la pré-déformation comme la conséquence d'un écrouissage isotrope uniquement.

Les deux aciers présentent des comportements différents. L'acier 304L présente à 20°C un durcissement dépendant du changement de direction de chargement après pré-déformation, avec un durcissement plus élevé pour un angle  $\alpha = 45^\circ$ . Cet effet est aussi observable en température, quoique plus faible. Par contre, l'acier 316L A présente à l'ambiante un adoucissement en fonction de la pré-déformation et cet adoucissement est plus prononcé pour  $\alpha = 90^\circ$ . En température, cet effet tend à disparaître. Ces différences de comportement, sur- ou sous-écrouissage dont l'amplitude dépend du trajet de chargement, pourraient être associées aux différences d'énergie de faute d'empilement. Celle-ci est plus faible pour l'acier 304L que pour l'acier 316L A, conduisant ainsi pour l'acier 304L à la présence de dislocations dissociées sessiles qui favorise l'écrouissage. Les EDE de l'acier 304L et de l'acier 316L B étant proches et toutes deux inférieures à  $30 \text{ mJ.m}^{-2}$ , l'acier 304L et l'acier 316L B devraient a priori avoir des comportements similaires, ce qui reste à vérifier. Cela pourrait aussi fournir une explication aux différences de propriétés mécaniques suite au laminage des deux aciers 316L A et B.

### 3.2.2.2. Essais de fatigue oligocyclique

Cette campagne expérimentale porte sur des essais de fatigue oligocyclique avec une amplitude de déchargement  $R$  égale à 0 (Figure 3-17) réalisés sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés de 36% (traction simple à l'ambiante). Elle vise à mieux caractériser l'état mécanique vu par les éprouvettes lors des essais de CSC sous chargement trapèze, notamment le rôle de l'écrouissage cinématique. La valeur du rapport  $R$  des cycles a été volontairement choisie inférieure à celle appliquée en milieu ( $R = 0,8$ ) afin d'amplifier la réponse du matériau aux déchargements / rechargements périodiques. Les essais sont réalisés en contrôle de charge et les contraintes calculées correspondent à une contrainte



conventionnelle  $\sigma = F/S_0$ , avec  $F$  la charge et  $S_0$  la section initiale.

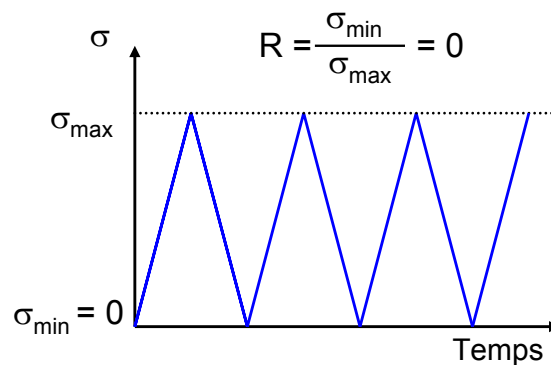


Figure 3-17 : Chargement cyclique ( $R = 0$ ) de forme triangulaire (sans temps de maintien)

Tableau 3-15 : Matrice des essais oligocycliques

$R = 0, Tm = 0 \text{ h}, v = 2 \text{ MPa.s}^{-1}$	
<b>20°C</b>	304L, T(36%), $\beta = -0,5$ , $\alpha = 90^\circ$
	304L, T(36%), $\beta = 0,25$ , $\alpha = 45^\circ$
	316L A, T(36%), $\beta = -0,5$ , $\alpha = 90^\circ$
	316L A, T(36%), $\beta = 0,25$ , $\alpha = 45^\circ$

Le Tableau 3-15 présente la matrice des essais réalisés. Les résultats des essais oligocycliques réalisés avec une amplitude de déchargement  $R = 0$  sont synthétisés dans le Tableau 3-16 pour l'acier 304L et dans le Tableau 3-17 pour l'acier 316L A. La contrainte maximale est choisie pour que  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2} = 1,3$ . Cette valeur correspond au chargement macroscopique subi par les éprouvettes entaillées lors des essais de CSC. La valeur de la contrainte maximale imposée pendant l'essai de fatigue oligocyclique est choisie pour correspondre à la contrainte nette maximale lors de l'essai de CSC sur éprouvette entaillée. Le chargement est de forme triangulaire, sans temps de maintien, avec déchargement complet de la charge imposée. On constate que la déformation plastique cumulée augmente avec le nombre de cycles pour l'acier 304L alors qu'elle se stabilise rapidement pour l'acier 316L A. De plus, pour l'acier 304L T(36%),  $\alpha = 45^\circ$  sous une contrainte maximale de 800 MPa, on observe à partir de 300 cycles, une augmentation rapide de la déformation plastique, conséquence d'une localisation de cette dernière conduisant à une diminution de la section réelle de l'éprouvette, donc à une augmentation locale de la contrainte qui précipite la fin de l'essai.

Pour l'acier 304L, l'application d'un chargement cyclique à la température ambiante induit donc une localisation et une augmentation de la déformation plastique donc des contraintes locales plus sévères. En supposant que ce comportement soit conservé en température et pour des amplitudes de déchargement plus faibles, on s'attend donc à ce que l'acier 304L présente une sensibilité à l'amorçage plus importante que l'acier 316L A.

Tableau 3-16 : Essais oligocycliques sur l'acier 304L pré-déformé de 36% par traction, R = 0, ambiante

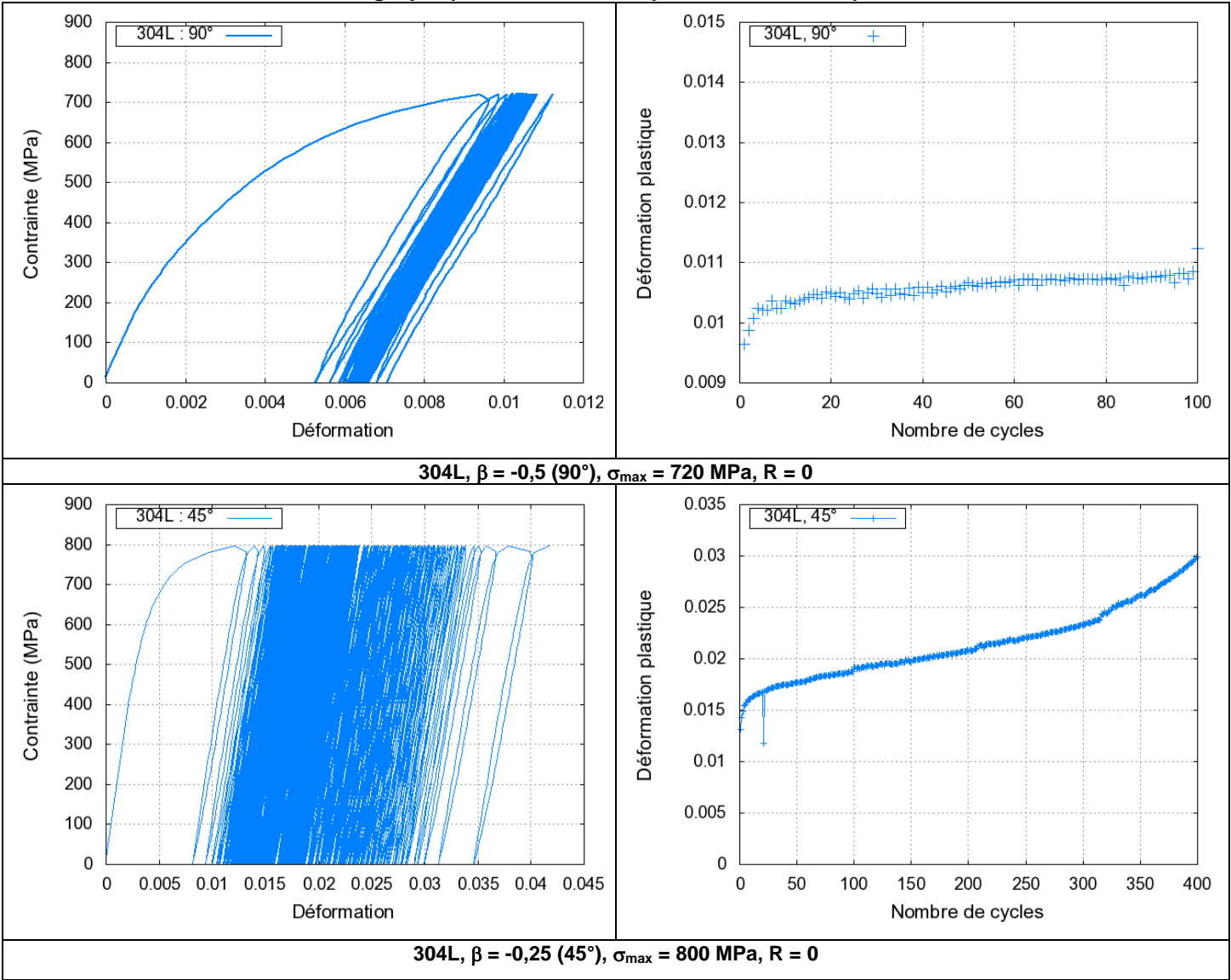
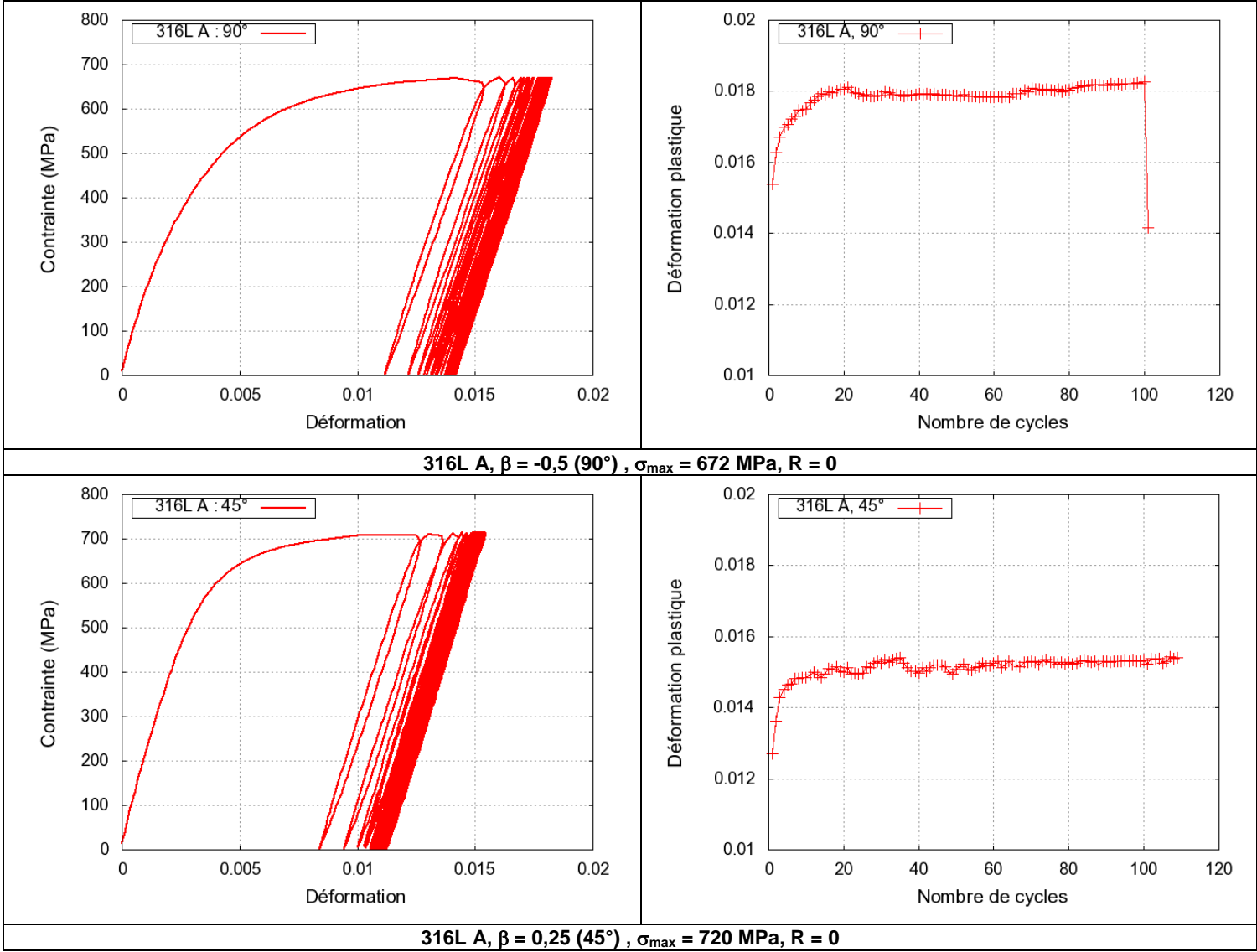


Tableau 3-17 : Essais oligocycliques sur l'acier 316L A pré-déformé de 36% par traction, R = 0, ambiante



### 3.2.3. Identification des lois de comportement à la température ambiante

La suite de ce paragraphe a pour but de présenter la méthode retenue et les résultats associés à l'identification des paramètres d'une loi de comportement.

#### 3.2.3.1. Forme de la loi de comportement retenue

On cherche à identifier une loi élasto-visco-plastique à une variable d'écrouissage isotrope et une variable d'écrouissage cinématique afin de rendre compte des effets du changement de trajet de déformation. Les courbes expérimentales (Figure 3-15 et Figure 3-16) montrent un écrouissage positif des aciers 304L et 316 L A à l'ambiante.

La fonction de charge dépend de la contrainte  $\sigma$ , de la limite d'écoulement  $\sigma_Y$  et des deux variables d'écrouissage choisies :

- X la contribution cinématique de l'écrouissage,
- R la contribution isotrope de l'écrouissage.

La fonction de charge  $f$  est définie par l'équation (3-12) :

$$f(\sigma, X, R) = |\sigma - X| - R - \sigma_Y \quad 3-12$$

Le domaine élastique est défini par l'inégalité suivante (Figure 3-18) :

$$f(\sigma, X, R) < 0 \quad 3-13$$

La décharge est dite élastique si les conditions ci-dessous sont vérifiées :

$$f(\sigma, X, R) = 0 \text{ et } \dot{f}(\sigma, X, R) < 0 \quad 3-14$$

Enfin, il y a écoulement plastique si les conditions suivantes sont vérifiées :

$$f(\sigma, X, R) = 0 \text{ et } \dot{f}(\sigma, X, R) = 0 \quad 3-15$$

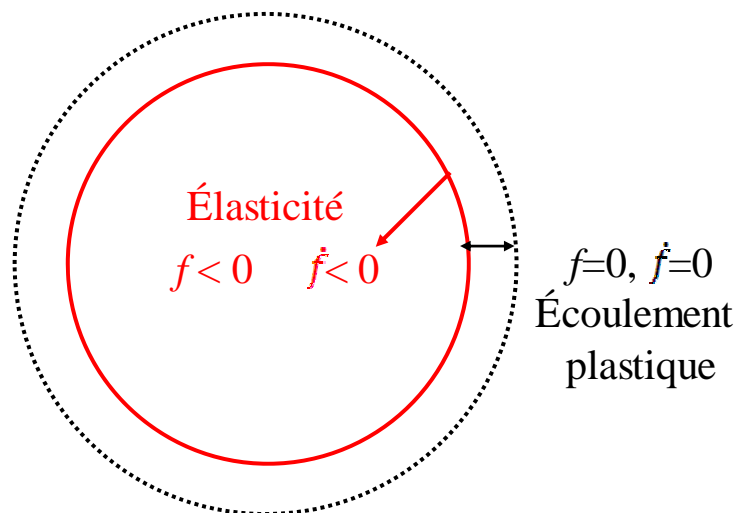


Figure 3-18 : Critère de charge-décharge dans le cas d'un écrouissage positif (Lemaitre 1988)

L'écrouissage cinématique déplace le domaine d'élasticité, l'écrouissage isotrope provoque une expansion du domaine d'élasticité sans décalage de son origine (Figure 3-8).

Un essai de traction seul ne permet pas de discriminer les parts respectives des contributions isotropes et cinématiques de l'écrouissage car on peut obtenir le même état de contraintes avec l'un ou l'autre des comportements (Figure 3-8). Il sera donc nécessaire d'utiliser des essais complexes avec changement de trajet de déformation pour identifier les paramètres de l'écrouissage cinématique.

### 3.2.3.1.1 Elasticité

Dans le domaine de déformation élastique, la loi de Hooke s'écrit :

$$\sigma = a : \varepsilon \quad 3-16$$

avec  $a$  le tenseur élastique d'ordre 4 dont les 21 composantes indépendantes sont les coefficients d'élasticité isotherme. Dans le cas d'un matériau présentant une symétrie cubique et en considérant le comportement élastique comme étant isotrope, seuls deux paramètres indépendants sont nécessaires pour décrire le comportement élastique :

- le module de Young, déterminé expérimentalement à partir d'essais de traction uniaxiale,
- le coefficient de Poisson, fixé à 0,3 d'après la littérature (Lemaitre 1988).

### 3.2.3.1.2 Viscosité

La viscosité est décrite à l'aide d'une loi de Norton :

$$\sigma = K \dot{\varepsilon}^n \quad 3-17$$

### 3.2.3.1.3 Plasticité

L'écrouissage isotrope du matériau est décrit avec une loi puissance :

$$R = R_0 + K_I (e_0 + p)^m \quad 3-18$$

avec  $K_I$ ,  $e_0$  et  $m$  les paramètres à identifier,  $p$  la déformation plastique cumulée.  $R_0$  est l'origine du domaine de déformation plastique ; il peut être significativement inférieur à la limite d'élasticité conventionnelle.

Le modèle cinématique choisi fait intervenir une variable d'état  $\alpha$ . Cette variable est analogue à une translation dans l'espace tensoriel des contraintes. La variable interne  $\alpha$  est reliée à la variable d'écrouissage cinématique  $X$  par la relation :

$$\alpha = \frac{2}{3} CX \quad 3-19$$

L'évolution de la variable interne est de la forme :

$$\dot{\alpha} = \dot{\lambda} m_{kin}(X) \quad 3-20$$

$\dot{\lambda}$  est un facteur multiplicatif scalaire,  $m$  est une fonction de l'écrouissage cinématique. On choisit de décrire l'écrouissage cinématique du matériau à l'aide d'une loi linéaire ou d'une loi puissance :

$$\text{Loi linéaire : } m_{kin} = n \quad 3-21$$

$$\text{Loi puissance : } m_{kin} = n - \frac{3D}{2C} X \quad 3-22$$

Dans le cas d'une loi linéaire, le seul paramètre à ajuster est la variable  $C$ . Elle représente la pente dans le domaine plastique d'un essai de traction où l'écrouissage est purement cinématique. Pour une loi puissance, les coefficients  $C$  et  $D$  gouvernent l'évolution de la contrainte  $X$ .

### 3.2.3.2. Critère de plasticité utilisé

Il est maintenant nécessaire de se doter d'un critère de plasticité. Le critère de Von Mises est utilisé pour décrire le seuil de plasticité. Dans le cas de chargements multi-axiaux, la fonction  $f$  devient une fonction du tenseur de contrainte  $\tilde{\sigma}$  et du tenseur  $\tilde{X}$ . L'invariant  $J$  s'exprime en fonction des trois contraintes principales  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$ .

$$J = \left[ \left( \frac{1}{2} \right) ((\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2) \right]^2 \quad 3-23$$

$J$  vaut simplement  $\sigma_1$  dans le cas d'un état de traction uniaxiale, les autres composantes étant nulles. Le critère de von Mises devient alors :

$$f(\tilde{\sigma}, X) = J(\tilde{\sigma} - X) - \sigma_y$$

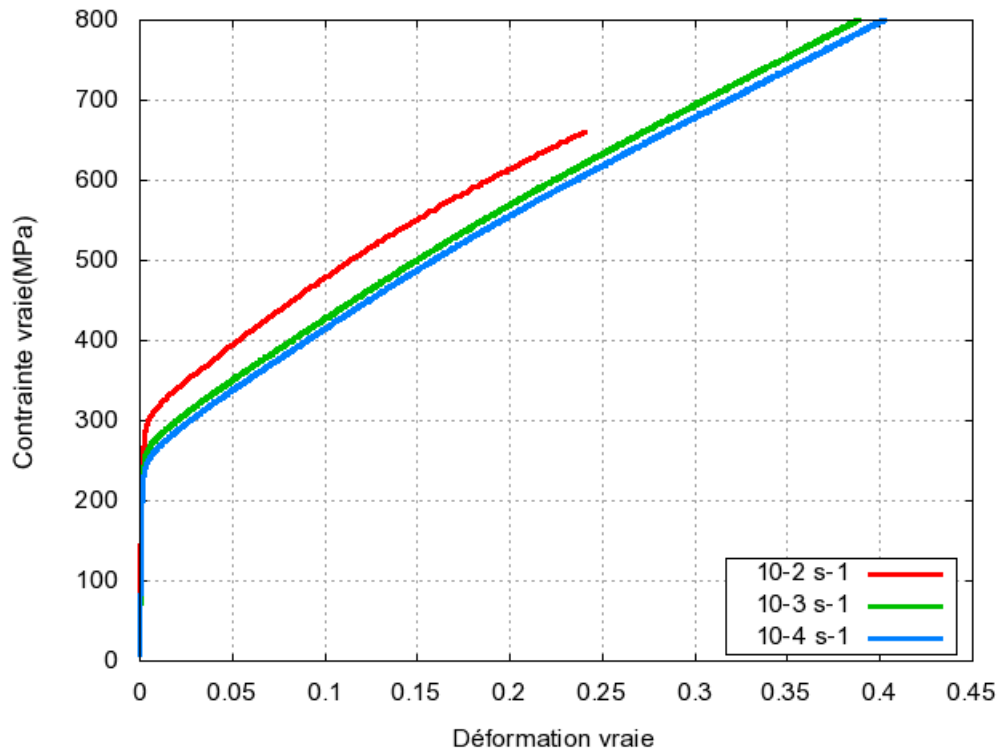
3-24

avec  $\sigma_y$  la limite d'élasticité en traction.

### 3.2.3.3. Base de données expérimentales à l'ambiante

#### 3.2.3.3.1 Acier 304 L

Dans un premier temps, trois essais de traction uniaxiale à l'ambiante sur l'acier 304L à l'état de réception sont considérés (Figure 3-19). Trois vitesses de déformation ont été testées :  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$   $s^{-1}$ .



**Figure 3-19 : Effet de la vitesse de déformation à l'ambiante sur l'acier 304L à l'état de réception. Base expérimentale**

Ces trois essais permettront de définir les paramètres élastiques et visqueux à l'ambiante. Puis l'introduction d'essais avec trajet de chargement complexe devra permettre d'identifier la contribution des écrouissages isotropes et cinématiques.

#### 3.2.3.3.2 Acier 316L A

Des essais de traction uniaxiale à l'ambiante sur l'acier 316L A à l'état de réception ont été réalisés pour trois vitesses de déformation :  $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$   $s^{-1}$  (Figure 3-20). Pour l'acier 316L A, il n'a pas été possible de conclure quant à l'effet de la vitesse de déformation. Par conséquent, il n'est pas possible d'optimiser les paramètres rendant compte de la viscosité. Le choix a donc été fait d'étudier uniquement l'effet du changement de trajet de déformation pour une vitesse de déformation égale à  $10^{-4}$   $s^{-1}$ .

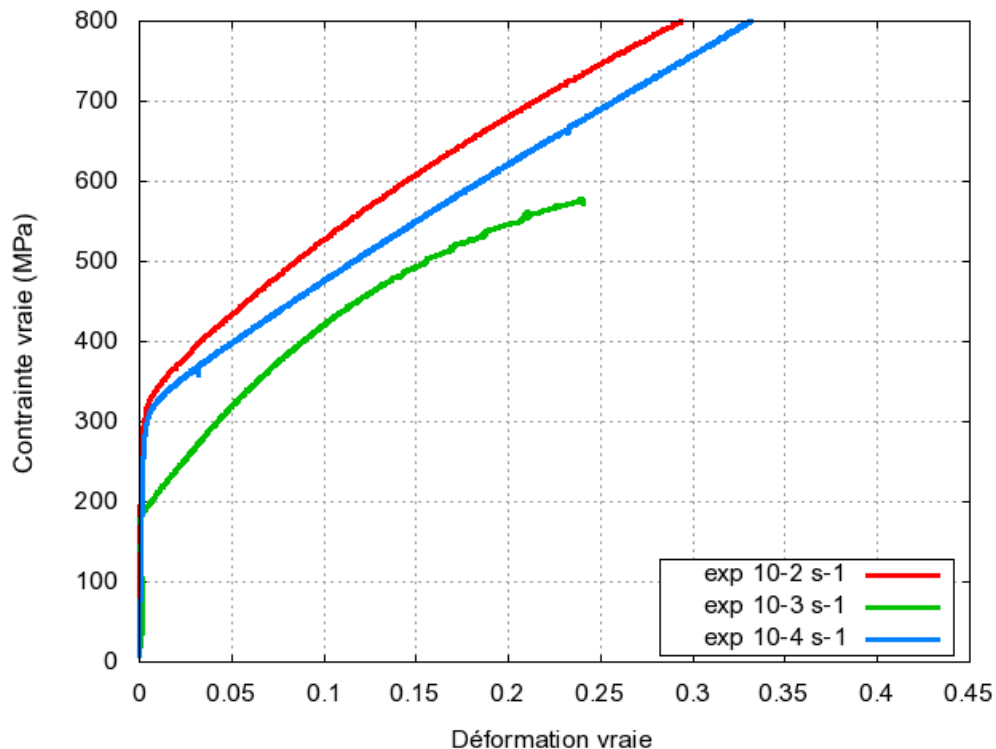


Figure 3-20 : Effet de la vitesse de déformation à l'ambiante sur l'acier 316L A à l'état de réception.  
Base expérimentale

### 3.2.3.4. Identification des paramètres de la loi de comportement à l'ambiante des aciers 304L et 316L : prise en compte de l'effet du trajet de chargement

#### 3.2.3.4.1 Méthode

Les tentatives d'optimisation de la loi de comportement de l'acier 304L sont décrites dans l'Annexe A.2. Elles montrent que la forme de la loi retenue permet de décrire un adoucissement des propriétés mécaniques lors d'un trajet de déformation complexe. Dans cette partie, nous allons déformer un élément dans une direction jusqu'à une déformation de 0,31, décharger la contrainte puis soumettre cet élément à un deuxième chargement uniaxial, correspondant à :

- un trajet de déformation monotone,
- un trajet de déformation à 90°,
- un trajet de déformation à 45°.

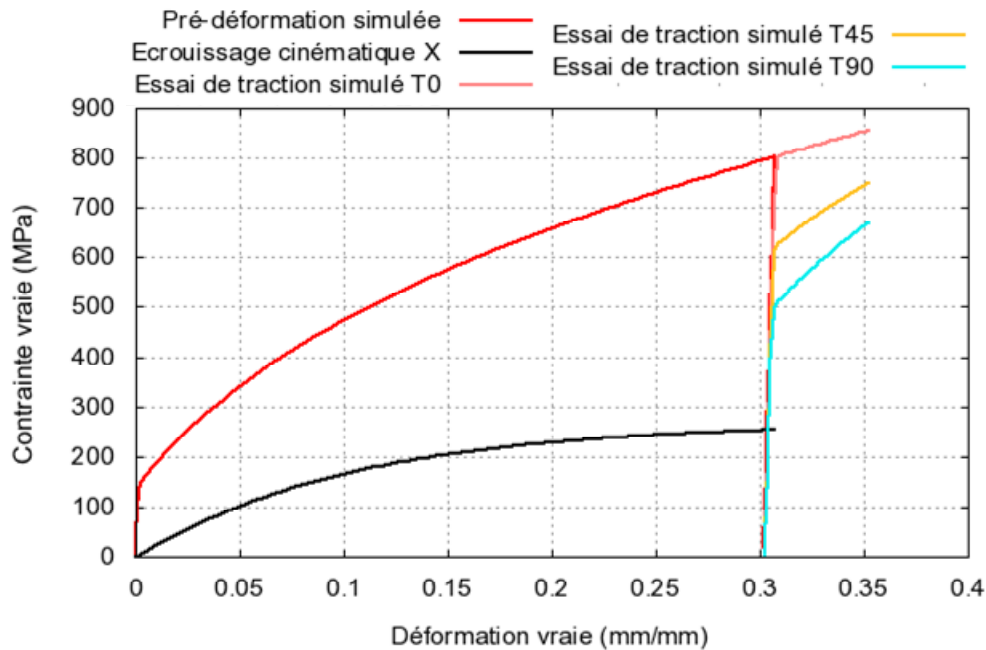
#### 3.2.3.4.2 Acier 304L

Nous vérifions que la loi de comportement utilisée permet uniquement de décrire un adoucissement du matériau lors d'un chargement complexe (90° ou 45°) par rapport à un trajet monotone. Ceci n'est pas en accord avec les résultats expérimentaux obtenus sur cet acier. Les comportements pour ces trois trajets de chargement, tels que prédits avec une variable d'écrouissage cinématique non linéaire (Tableau 3-18) sont décrits Figure 3-21.

Tableau 3-18 : exemple d'une loi de comportement avec une variable d'écrouissage isotrope et une variable d'écrouissage cinématique à saturation

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope			Ecrouissage cinématique	
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	$e_0$	$K_r$ (MPa)	R0 (MPa)	C
	150000	0,3	1,71	944	0,705	$10^{-6}$	1115	115	2000





**Figure 3-21 : Comparaison d'un trajet de chargement monotone et de deux trajets de chargement complexe après une pré-déformation par traction de 0,31. Utilisation de la loi de comportement présentée Tableau 3-18**

Le durcissement observé expérimentalement sur l'acier 304L suite à un changement de direction de chargement, est un phénomène connu pour les aciers inoxydables soumis à des trajets de chargement non proportionnels, qui a été notamment décrit par l'introduction dans les modèles élasto-plastiques classiques d'une distorsion de la surface de charge (François 2001). Une autre possibilité serait d'utiliser un modèle polycristallin pour des calculs aux grandes déformations.

S'il ne semble pas possible de modéliser le comportement de l'acier 304L avec ce type de loi, l'acier 316L A présente pour sa part un adoucissement lors du changement de trajet de déformation. Nous allons donc vérifier que la forme de la loi de comportement retenue permet de rendre compte du comportement macroscopique de l'acier 316L A.

### 3.2.3.4.3 Acier 316L A

Pour l'acier 316L A, une variable d'écrouissage cinématique linéaire a été retenue. Les paramètres de la loi de comportement retenue, présentés dans le Tableau 3-19, ont été ajustés « à la main ». Ils fournissent en particulier une bonne description du trajet de chargement à 90° (Figure 3-22).

**Tableau 3-19 : Paramètres matériaux avec écrouissage cinématique linéaire - 316L A**

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope				Ecrouissage cinématique linéaire
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	e0	$K_1$ (MPa)	R0 (MPa)	C
	157000	0,3	1,9	500	0,8	$4 \cdot 10^{-2}$	1100	240	300

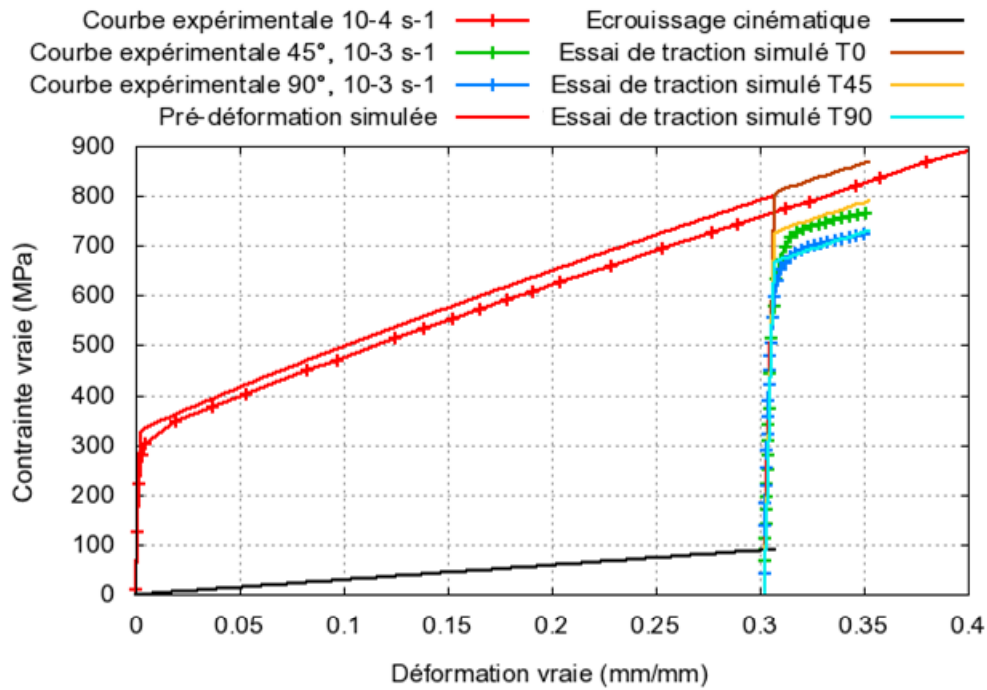


Figure 3-22 : Acier 316L A à l'ambiante. Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées avec écrouissage cinématique linéaire : cas d'un trajet de chargement monotone et de deux trajet de chargement complexe (90° et 45°)

## Résumé

L'étude est réalisée sur trois aciers inoxydables austénitiques, deux aciers 316L et un acier 304L. A l'état de réception, ces trois matériaux présentent des bandes de ferrite  $\delta$  parallèles à la direction de laminage. La teneur en ferrite est toutefois inférieure à 1% pour les aciers 316L et de l'ordre de 4% pour l'acier 304L. Ces aciers sont ensuite écrouis par traction ou par laminage. Les niveaux de déformation correspondant sont respectivement 0,10 pour T(11%), 0,23 pour T(26%), 0,31 pour T(36%) et 0,60 pour L(40%). Suite à cette étape de pré-déformation, la formation de martensite d'écrouissage n'est pas détectée.

Des trajets de déformation complexes sont ensuite étudiés. Pour ce faire, des éprouvettes sont prélevées dans les coupons pré-déformés dans une direction soit perpendiculairement soit à 45° de la direction de la pré-déformation.

Les trajets de déformation complexes modifient la valeur de la limite d'écoulement par rapport à un trajet de déformation monotone pour les aciers 304L et 316L A mais ces deux matériaux se comportent de façon différente. Pour l'acier 304L, un trajet de déformation complexe conduit à un sur-écrouissage quelle que soit la température entre 20°C et 360°C. Dans le cas de l'acier 316L A, un adoucissement est observé à température ambiante. Il s'estompe à plus haute température.

Pour l'acier 304L, la déformation plastique cumulée augmente tout au long d'un essai oligocyclique jusqu'à la ruine de l'éprouvette alors que dans le cas de l'acier 316L A, la déformation plastique sature rapidement.

Pour l'acier 304L il n'a pas été possible de décrire à l'aide d'une loi macroscopique le sur-écrouissage observé lors d'un trajet de déformation complexe. L'utilisation d'un modèle polycristallin pourrait permettre de décrire ce type de comportement. Par contre, l'adoucissement observé lors d'un trajet de déformation complexe pour l'acier 316L A a pu être modélisé. On vérifie également qu'un trajet de déformation à 45° est plus sévère qu'un trajet de déformation à 90°. Les paramètres retenus à température ambiante sont synthétisés dans le tableau ci-dessous :

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope				Ecrouissage cinématique linéaire
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	e0	$K_r$ (MPa)	R0 (MPa)	C
	157000	0,3	1,9	500	0,8	$4 \cdot 10^{-2}$	1100	240	300

La même démarche reste à appliquer en température.

*Mise en place expérimentale et méthode de dépouillement des  
essais d'amorçage de la CSC*

---

## 4. Mise en place expérimentale et méthodes de dépouillement des essais d'amorçage de la CSC

Cette étude a pour objectif d'évaluer et de quantifier les effets des paramètres  $\sigma_{\max}$  (la contrainte maximale atteinte en fond d'entaille, calculée par la méthode des éléments finis), « matériau », T (la température) et  $\beta$  (le paramètre lié au chemin de déformation suivi) sur le temps d'amorçage, la densité de fissures,... afin de fournir les paramètres pertinents d'un modèle semi-empirique de l'amorçage de la CSC en milieu primaire. Le critère d'amorçage macroscopique habituellement retenu est défini comme l'obtention d'une fissure dont la taille est comprise entre 20 et 50  $\mu\text{m}$  (Lohro 2012) (Couvant 2004a), dimension au-delà de laquelle la fissure passe dans la phase de propagation rapide. Pour ce faire, des essais de corrosion sous contrainte sont réalisés en laboratoire. Ces essais consistent à appliquer une sollicitation mécanique à un matériau en présence d'un environnement (milieu, température et pression) simulant celui du circuit primaire d'un réacteur à eau sous pression (REP). L'utilisation d'éprouvettes entaillées permet de contrôler le facteur de concentration des contraintes et de localiser, dans notre cas très fortement, les contraintes imposées macroscopiquement. Les paragraphes suivants présentent l'ensemble des conditions expérimentales retenues pour les essais de corrosion sous contrainte en milieu primaire de REP réalisés dans le cadre de cette thèse.

### 4.1. Description des essais de CSC

#### 4.1.1. Milieu primaire

Les essais sont réalisés en milieu primaire simulé soit 1000 ppm de bore présent sous forme d'acide borique, 2 ppm de lithium présent sous forme d'hydroxyde de lithium ( $\text{LiOH}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) et de l'eau déminéralisée. Avant et à la fin de chaque essai, des analyses par chromatographie ionique permettent de vérifier que les spécifications chimiques du milieu sont respectées. La solution est introduite dans l'autoclave ainsi qu'un excès d'eau déminéralisée représentant 20% du volume de la solution primaire. A 125°C, le milieu d'essai est désaéré par évaporation de 20% du volume d'eau introduit en sus, afin d'éliminer l'oxygène dissous. Après désaération, une surpression d' $\text{H}_2$  est introduite à 125°C (Moulard 2002). La teneur en hydrogène visée est de 30 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$  contrôlée durant toute la durée d'essai par une sonde Ag/Pd, les spécifications imposant une teneur en hydrogène comprise entre 25 et 50 cc/kg  $\text{H}_2\text{O}$ . La température d'essai est de 360°C, la pression correspondante est de 188 bar. Tous les essais sont réalisés à potentiel libre.

#### 4.1.2. Choix du type de chargement

Les caractéristiques du chargement imposé au matériau en milieu primaire de REP dépendent de la nature de l'essai réalisé.

Les essais sont réalisés sous un chargement de forme trapèze. Le chargement est cyclique, de faible amplitude et de faible fréquence, afin de ne pas solliciter le matériau en fatigue. Les essais sous chargement trapèze permettent de tester la sensibilité à la CSC des matériaux étudiés pour différentes combinaisons écrouissage / chemin de déformation / contrainte appliquée en milieu et dans des conditions qui se rapprochent au mieux des conditions statiques. Il est admis que certains composants sur site pourraient être soumis à des sollicitations cycliques. Ce type d'essais est donc pertinent pour l'évaluation des durées d'amorçage. Si l'on se fie aux résultats obtenus sur l'acier 316L B (Herms 2009b), (Herms 2011b), un chargement constant retarde la transition propagation lente / propagation rapide d'un facteur 3 par rapport à un chargement cyclique de faible fréquence (Figure 2-65). Un cyclage modéré est donc justifié pour diminuer la durée des essais d'amorçage, par nature très longue (plusieurs milliers d'heures sous chargement statique).

Après 100 h d'incubation à 360°C en milieu, un chargement cyclique trapézoïdal est appliqué au cours du temps. La période du cycle est de 1 heure et se décompose en une montée en charge de 1 min 30 s, d'un temps de maintien de 57 min au niveau de la contrainte maximale ( $\sigma_{\max}$ ) suivi d'une brève décharge au niveau de chargement  $\sigma_{\min} = R \cdot \sigma_{\max}$  (avec  $R = 0,8$ ) puis rechargement à  $\sigma_{\max}$  comme présenté sur Figure 4-1. La fréquence de déchargement-chargement est faible ( $2,9 \cdot 10^{-4}$  Hz), ce qui

permet de se rapprocher d'un chargement statique avec un temps de maintien d'une heure environ. L'effet de la valeur de  $R$  a été précédemment étudié (Tribouilloy 2007a). Pour l'acier 304L, des fissures de CSC intergranulaires sont principalement observées pour une valeur de  $R$  égale à 0,8 tandis que la fissuration intragranulaire est observée pour  $R = 0,7$ . De plus, Tribouilloy-Buisse (Tribouilloy 2007a) a montré que sous un chargement trapèze cyclique, la vitesse de déformation mesurée est plus de 100 fois supérieure à la vitesse de fluage mesurée sous chargement statique conventionnel. Ce résultat pourrait expliquer que la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables soit plus importante sous chargement cyclique que sous chargement statique.

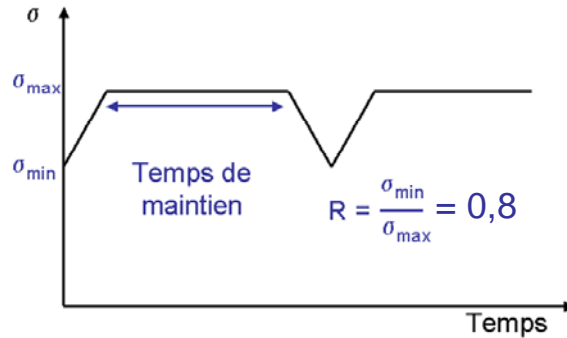


Figure 4-1 : Chargement cyclique de forme trapèze

Un critère de comparaison a été proposé par le CEA (Hermès 2008) pour prendre en compte les effets du matériau et du chargement sur éprouvette entaillée :  $\sigma_{\text{net}}/R'p_{0,2}$  à l'ambiante. La contrainte nette est calculée en utilisant la section du fût de l'éprouvette à l'aplomb du fond d'entaille. Pour la suite de ce travail, ce critère sera modifié. On utilisera la valeur du seuil d'écoulement plastique du matériau  $R'p_{0,2}$  à la température de l'essai ainsi que la contrainte maximale  $\sigma_{\text{max}}$  en fond d'entaille calculée à l'aide du code de calcul Aster :  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0,2, T^{\circ}\text{C}}$ .

Les valeurs cibles du critère  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0,2}$  sont identiques pour chacun des matériaux pré-déformés afin d'étudier l'influence du niveau de la pré-déformation et du chargement complexe pour des chargements comparables.

### 4.1.3. Eprouvettes de CSC

Les éprouvettes de CSC retenues pour l'étude de l'amorçage sont des éprouvettes axisymétriques entaillées qui permettent de localiser la déformation et de concentrer les contraintes en fond d'entaille. La concentration des contraintes en fond d'entaille ainsi que la triaxialité des contraintes dépendent de la géométrie de l'entaille. En modifiant la forme de l'entaille (entaille en U ou entaille en V) ou en ajustant la profondeur et le rayon en fond d'entaille, on peut espérer collecter une large base de données pour interpréter les effets du chargement.

#### 4.1.3.1. Conditions de pré-déformation

Pour rappel, deux types d'écrouissage sont réalisés (Figures 2-52 et 2-53) :

- une pré-déformation par traction à l'ambiante jusqu'à une déformation vraie respectivement de 0,10, 0,23 et 0,31. Les allongements correspondants sont de 11%, 26% et 36%. Les éprouvettes sont ensuite prélevées à cœur dans un barreau pré-déformé selon une direction perpendiculaire (90°) ou à 45° de la direction de pré-déformation. Elles sont notées T(11%), T(26%), T(36%).
- une pré-déformation par laminage unidirectionnel à l'ambiante : l'épaisseur initiale de la tôle est réduite de 40 %. Les éprouvettes dites laminées sont prélevées perpendiculairement à la direction de laminage. Le prélèvement est réalisé au cœur des tôles. Les éprouvettes issues de coupons laminés sont notées L(40%). L'état déformé correspond à un taux de déformation vraie de 0,60.

Durant l'essai de CSC, une éprouvette est mise en charge suivant sa direction de prélèvement qui détermine donc le trajet de déformation subi par l'éprouvette. Les études disponibles dans la littérature (Couvant 2004b) ont montré qu'un chargement monotone génère des fissures majoritairement intragranulaires alors qu'un trajet de déformation complexe conduit majoritairement à des fissures intergranulaires. Le choix a donc été fait, dans cette étude, de se concentrer sur les

chargements complexes.

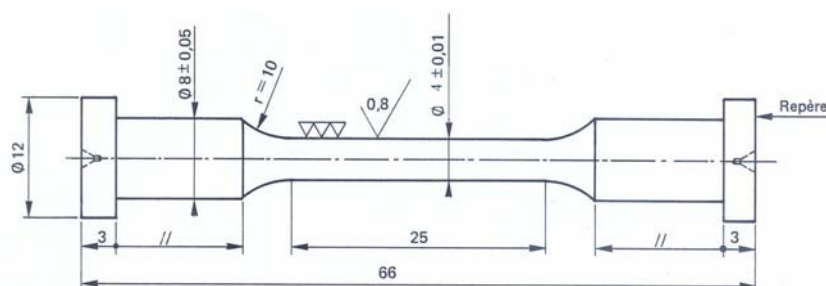
Le Tableau 4-1 synthétise les combinaisons (procédés de pré-déformation, niveau de pré-déformation, trajet de chargement complexe) étudiées en CSC pour les trois matériaux de cette étude.

**Tableau 4-1 : Matrice des essais d'amorçage de la CSC**

	Pré-déformation par traction		Pré-déformation par laminage
	$\beta = -0,5 \alpha = 90^\circ$	$\beta = 0,25 \alpha = 45^\circ$	$\beta = -0,5, \alpha = 90^\circ$
304L	T(11%), T(26%), T(36%)	T(36%)	-
316L A	T(11%), T(26%), T(36%)	T(36%)	L(40%)
316L B	T(36%)	-	L(40%)

#### 4.1.3.2. Géométrie des éprouvettes

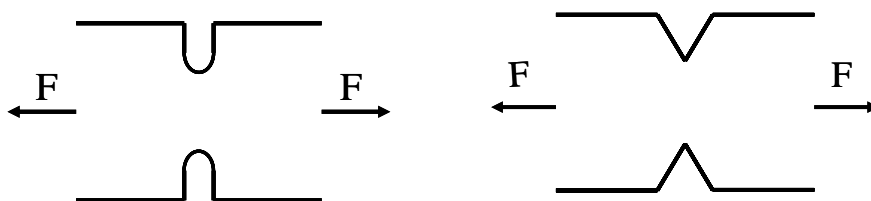
Les éprouvettes de CSC utilisées sont de type TRC. Ce sont des éprouvettes axisymétriques à amarrage par épaulement. Le diamètre de la zone utile est de 4 à 5 mm et la longueur de la zone utile est de 25 mm. La géométrie des éprouvettes TRC sans entaille est présentée à la Figure 4-2.



**Figure 4-2 : Géométrie des éprouvettes TRC**

L'étude de l'amorçage nécessite un traitement statistique des résultats, du fait de la probabilité d'observer ou non une amorce sur coupe (vue partielle). Pour ce faire, il est nécessaire de collecter des données en nombre suffisant. Pour cette raison, trois entailles sont usinées par éprouvette et certaines éprouvettes sont doublées dans la limite de la capacité des lignes d'amarrage.

Deux géométries d'entaille ont été utilisées : des entailles en forme de U et des entailles en forme de V (Figure 4-3).

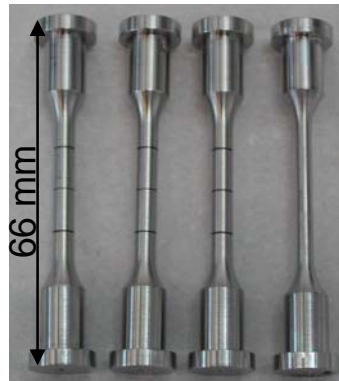


**Figure 4-3 : Formes des entailles (U ou V) des éprouvettes TRC**

Trois entailles ont été usinées sur le fût de l'éprouvette avec un espacement de 8 mm entre chacune d'entre elles (Figure 4-4). Les entailles en V ont été usinées par électro-érosion (lame) ou par rectification. Toutes les entailles en U ont été usinées par électro-érosion au fil. Pour une partie des entailles en U, une finition au fil diamanté a été réalisée en fond d'entaille.

Les entailles en U ont été privilégiées aux entailles en V dans cette étude car, à rayon de courbure et profondeur équivalents, le taux de triaxialité est plus important pour les entailles en U. Un résultat du CEA sur l'acier 316L B laminé L(40%) montre qu'à niveaux de contrainte comparables, l'amorçage en fond d'entaille en U est retardé par rapport à une entaille en V. Ce retard à l'amorçage à ce stade de l'étude est vraisemblablement dû à la différence de procédés d'usinage utilisés qui génèrent des états de surface différents entre les entailles en U et en V. Des entailles en forme de V ont donc été également utilisées pour confirmer cette hypothèse.

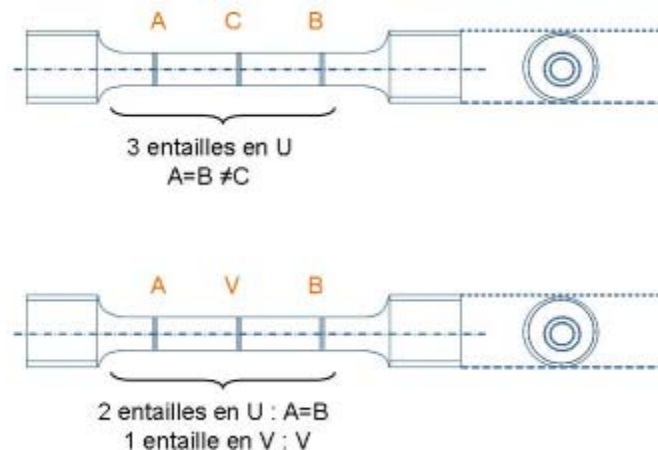




**Figure 4-4 : Emplacement des entailles sur le fût de l'éprouvette, 3 éprouvettes entaillées et 1 éprouvette lisse**

Deux schémas différents de répartition des entailles sur le fût de l'éprouvette ont été utilisés (Figure 4-5) :

- trois entailles en U soit deux entailles symétriques identiques et une entaille centrale. Dans cette configuration, les entailles ont toutes été usinées par électro-érosion. Elles ont la même profondeur et diffèrent uniquement par le rayon en fond d'entaille.
- deux entailles en U symétriques et une entaille en V centrale. Les entailles ont alors été usinées respectivement par électro-érosion ou par rectification (utilisée uniquement pour certaines entailles en V). Dans cette configuration, les profondeurs des entailles ainsi que le rayon en fond d'entaille diffèrent entre les entailles en U de géométrie identique et l'entaille en V.



**Figure 4-5 : Répartition des entailles sur le fût de l'éprouvette de CSC**

La contrainte axiale ( $\sigma_{zz}$ ) est maximale en avant du fond de l'entaille. Les valeurs de  $\sigma_{zz}$  sont obtenues par calcul par éléments finis réalisé avec le code ASTER (Annexe A.3). La loi de comportement est extrapolée à partir des courbes de traction obtenues à 360°C pour les différentes conditions de pré-déformation.

#### Entaille en U

Les entailles en U sont définies par deux paramètres : la profondeur de l'entaille et le rayon en fond d'entaille :

- profondeur  $\rho$  de l'entaille : comprise entre 0,5 et 0,9 mm,
- rayon en fond d'entaille  $r_0$  : 0,055 ou 0,1 mm.

L'entaille en U en position centrale a un rayon de courbure de 0,055 mm. Les deux entailles à 8 mm de l'entaille centrale sont dites symétriques et nommées A et B. Elles sont identiques et présentent presque toujours un rayon en fond d'entaille de 0,1 mm. A profondeur égale, l'entaille centrale présente un rayon de courbure plus petit que les deux entailles symétriques : la concentration des contraintes est donc plus importante pour l'entaille centrale (Annexe A.3).

Pour éliminer l'état de surface consécutif à l'opération d'usinage de l'entaille par électro-érosion (Figure 4-6), un fil diamanté est passé en fond d'entaille (Figure 4-7). Le diamètre du fil diamanté est

de 0,10 mm ou 0,17 mm suivant les dimensions de l'entaille. Toutefois, une partie des entailles en U usinées par électro-érosion a été étudiée sans passage du fil.

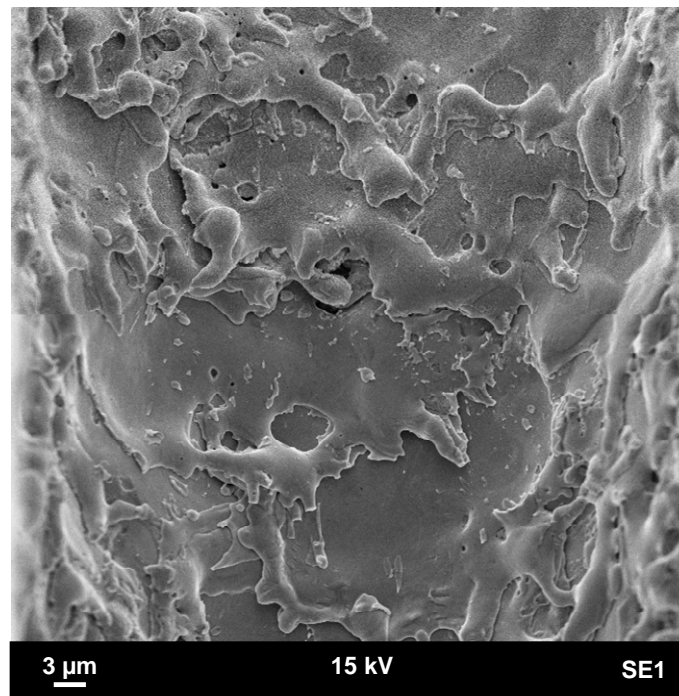


Figure 4-6 : Fond d'entaille en U brut d'usinage par électro-érosion

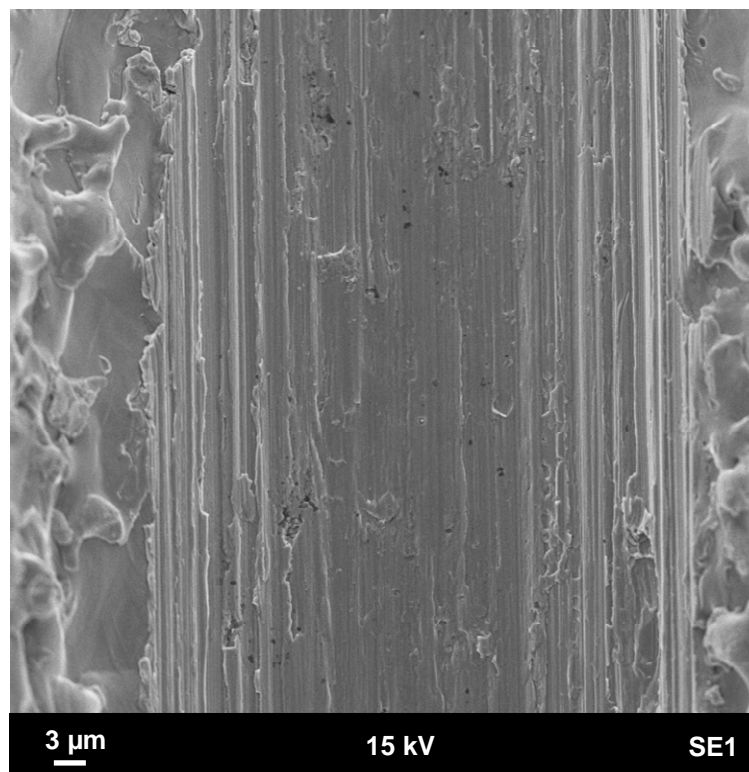


Figure 4-7 : Fond d'entaille en U après passage du fil diamanté

L'absence de fissure due à l'usinage a été vérifiée a posteriori sur coupe des éprouvettes non fissurées issues des essais de CSC ainsi que sur une éprouvette-témoin. L'éprouvette-témoin a été usinée et préparée suivant le même protocole que les éprouvettes de CSC, puis les trois entailles ont été observées en coupe.

### Entaille en V

Une partie des éprouvettes testées portent une entaille centrale en forme de V (Figure 4-3). La surface en fond d'entaille est laissée brute d'usinage (rectification ou électro-érosion). Les entailles en V sont définies par trois paramètres :

- profondeur  $\rho$  de l'entaille : comprise entre 0,6 et 0,9 mm,
- rayon en fond d'entaille  $r_0$  : 0,125 mm,
- ouverture angulaire du V : 60°.

L'état de surface en fond d'entaille après l'usinage par rectification (Figure 4-8) permet l'observation des fissures après essai de CSC. L'usinage par électro-érosion conduit à un état de surface équivalent à celui décrit précédemment pour les entailles en U.

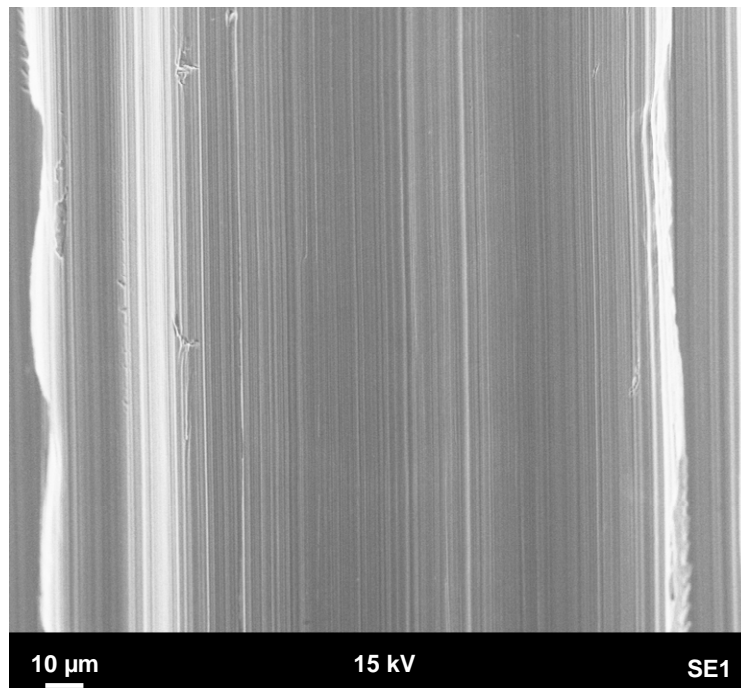


Figure 4-8 : Fond d'entaille en V brut d'usinage (rectification) avant essai

#### 4.1.3.3. Calcul de $\sigma_{\max}$

Les aciers inoxydables étudiés ont une microstructure très majoritairement austénitique : la teneur en phase ferritique est inférieure à 5% de ferrite. La phase ferritique, ainsi que la martensite potentiellement formée lors de la pré-déformation sont ici négligées. La microstructure des aciers est assimilée à une microstructure totalement austénitique pour le calcul de  $\sigma_{\max}$  par éléments finis.

Un maillage axisymétrique 2D des éprouvettes (Figure 4-9) est réalisé avec le logiciel GIBI en paramétrant les grandeurs géométriques des entailles susceptibles de varier d'un essai à l'autre. La géométrie des éprouvettes et la symétrie du chargement permettent de réduire le maillage à  $\frac{1}{4}$  d'éprouvette TRC. Le maillage est raffiné en fond d'entaille (Figure 4-10) afin de mieux estimer la contrainte maximale en fond d'entaille  $\sigma_{\max}$ .

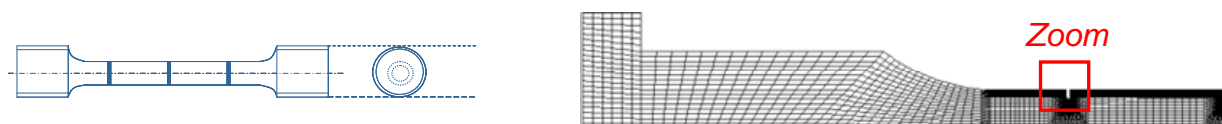


Figure 4-9 : Epreuve TRC à 3 entailles et maillage 2D d'un quart d'éprouvette

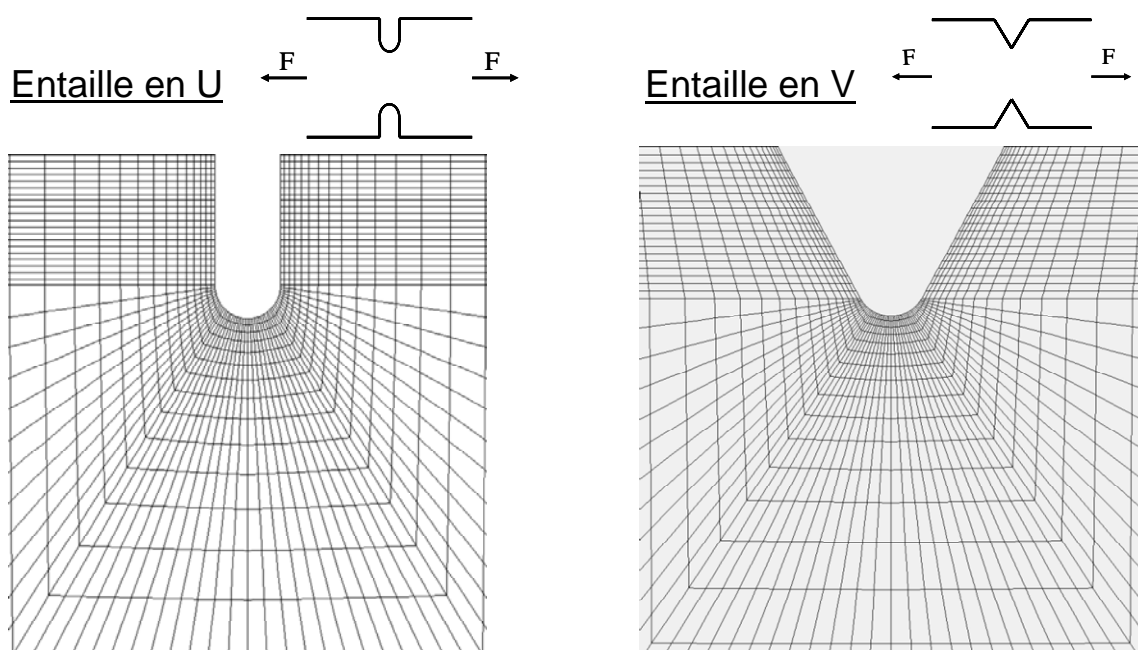


Figure 4-10 : Maillage du fond d'entaille - Entaille en U et entaille en V

La contrainte maximale atteinte en fond d'entaille est calculée par extrapolation linéaire d'une courbe de traction du matériau obtenue à 360°C à l'air. Le calcul est donc élasto-plastique. Toutefois un essai de traction ne permet pas d'identifier l'écrouissage cinématique pourtant probable des trois aciers étudiés. Le détail des calculs est disponible en Annexe A.3.

#### 4.1.4. Dispositifs expérimentaux

Les essais de CSC ont été réalisés au laboratoire Mécanique-Corrosion (Groupe Chimie Corrosion / Département MMC) des *Renardières*. Ils sont réalisés sur des bâtis de fluage modifiés (Figure 4-11) pour effectuer des déchargements sur une ligne d'amarrage de 4 à 6 éprouvettes. Le chargement cyclique est appliqué *via* une charge morte et les chargements et déchargements partiels correspondant à 20% de la charge maximale sont réalisés en remplissant et vidant un bac d'eau. Cette machine permet d'imposer une charge fixe sans asservissement donc sans aucune variation de chargement. Les éprouvettes, fixées à la chambre de l'autoclave par la chambre de contre-force, sont directement sollicitées par la traverse. Pour la majorité des essais, quatre éprouvettes sont montées sur une même ligne d'amarrage, le nombre d'éprouvettes par ligne dépendant de la capacité de l'autoclave. L'autoclave comporte un tube de barbotage pour l'injection de l'hydrogène dans la solution, un doigt de gant pour le thermocouple et un passage pour la cellule argent-palladium qui permettra de suivre l'évolution de la teneur en  $H_2$  pendant l'essai. La tête de l'autoclave, refroidie par une boîte à eau, protège ces installations des effets de la température ainsi qu'éventuellement les passages étanches permettant d'alimenter l'éprouvette en courant alternatif et de récupérer les potentiels électriques nécessaires au suivi électrique de la fissure. L'isolation électrique est assurée par des coquilles en Zircaloy oxydé (Figure 4-12).

L'autoclave est équipé de thermocouples, d'une sonde à hydrogène et de capteurs de force, de pression et de déplacement. Les valeurs de la température, de la pression, de la force et du déplacement sont enregistrées au cours du temps. Un relevé quotidien de la teneur en hydrogène est réalisé.



**Figure 4-11 : Montage expérimental de CSC**  
a) ligne d'amarrage, b) cylindre permettant la mise en charge, c) autoclave fermé, d) autoclave sur bâti de fluage modifié



**Figure 4-12 : Epreuve de CSC et demi-coquilles isolantes en Zircaloy**

## 4.2. Dépouillements expérimentaux

### 4.2.1. Observations des amorces

#### 4.2.1.1. Observations en surface

Après essais de CSC, la surface en fond d'entaille est observée au MEB afin de détecter si les conditions testées ont donné lieu ou non à de la fissuration. Ces premières observations fournissent également une information quantitative sur le nombre des fissures et leur longueur. La difficulté de cette étape consiste à repérer les amorces, souvent peu ouvertes, afin de réaliser des observations sur coupes ciblées.

L'état de surface est un facteur connu pour influencer la tenue mécanique et la résistance à la corrosion d'un matériau. Dans notre cas, les stries résultant de l'usinage ou du passage du fil diamanté modifient de façon certaine les conditions d'amorçage : il a été rapporté dans la littérature que les stries d'usinage sont les lieux privilégiés de l'amorçage des fissures de CSC ([Herms 2009b](#)). Toutefois, l'utilisation d'états de surface «bruts d'usinage», par opposition à un état de surface parfaitement poli, est envisageable si ces états sont comparables d'une éprouvette à l'autre et n'empêchent pas l'observation des amorces de CSC (Figure 4-13).



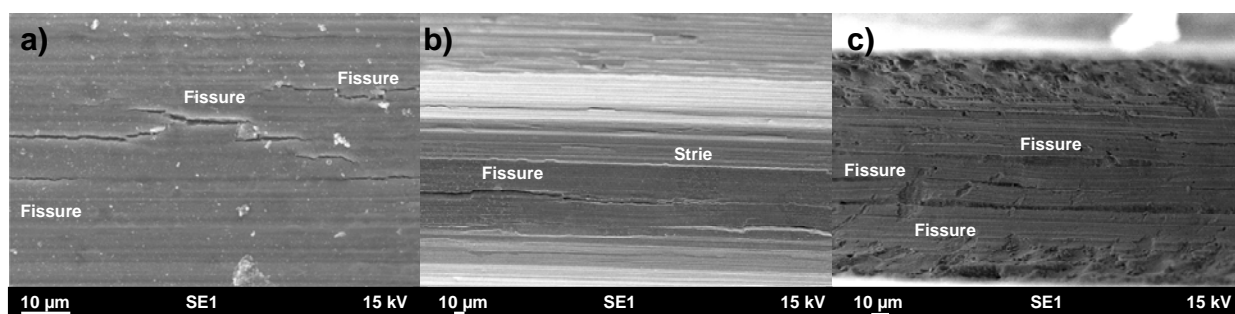


Figure 4-13 : Observations de fissures en fond d'entaille

a) 316L B, L(40%), entaille en V, chargement trapèze,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} = 1,8$ , 6550 h, 340°C, observation de la coalescence de fissures (Hermes 2008)

b) 316L A, L(40%); entaille en V, chargement trapèze,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} = 2,07$ , 4400h, 360°C

c) 316L A, L(40%), entaille en U, chargement trapèze,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} = 2,04$ , 4400h, 360°C

#### 4.2.1.2. Observations sur coupe

##### 4.2.1.2.1 Coupes en quartier

Après essai de CSC, le fût de l'éprouvette est partagé en 6 à 8 secteurs angulaires. Les surfaces des fonds d'entaille sont observées au MEB et les éventuelles fissures sont repérées par secteur. Chaque entaille est ensuite découpée en quarts de façon à observer sur coupe les secteurs présentant les zones les plus intéressantes. Un schéma, proposé Figure 4-14, décrit les étapes de repérage et de sélection des plans de coupe puis de découpe des quartiers. Les quarts d'entaille sont enrobés, polis à la pâte diamantée jusqu'à 1 µm, et observés au microscope optique. Avant et après une attaque à l'acide oxalique (6 V, 30 s), les surfaces sont observées au MEB.

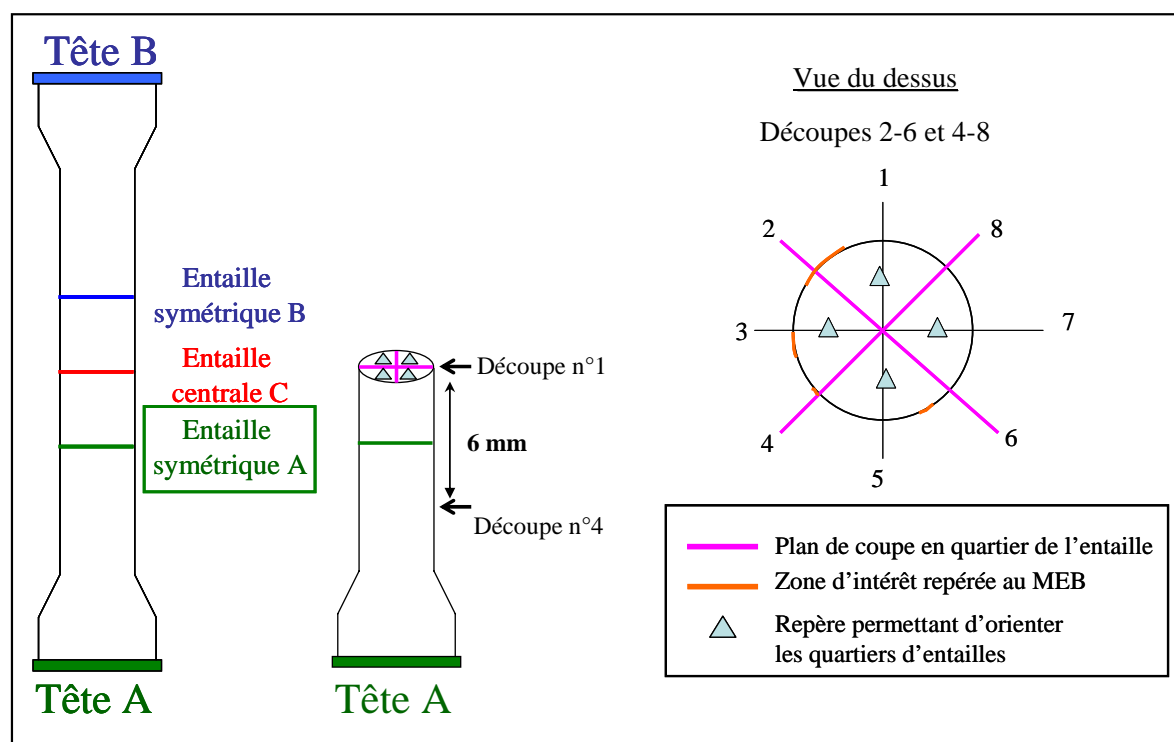


Figure 4-14 : Plan de coupe des quartiers de l'entaille A, éprouvette 1510TT2 après observations en surface au MEB et localisation des zones d'intérêt sur 8 secteurs

##### 4.2.1.2.2 Polissages successifs

Pour optimiser la recherche du maximum de la profondeur des fissures, une deuxième méthode d'observation a été adoptée. Après essai de CSC, le dépouillement est réalisé sans coupe de l'entaille, en trois phases de polissages successifs (Figure 4-15). Les éprouvettes sont polies à la pâte diamantée jusqu'à 1 µm. A chaque étape, des observations au MEB sont menées afin de mesurer la profondeur maximale de fissuration obtenue pendant l'essai de CSC. Une attaque à l'acide

oxalique (6 V, 30 s), ou un polissage final à l'OPS (2 min) est réalisé si nécessaire pour identifier la morphologie des fissures de CSC.

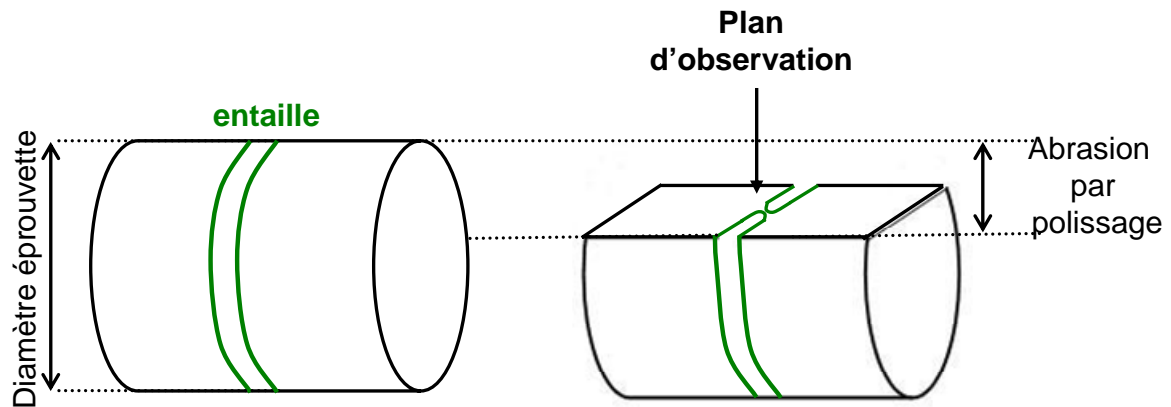


Figure 4-15 : Plan des observations MEB par la méthode des polissages successifs

#### 4.2.1.2.3 Approche semi-statistique

L'identification des amorces est aisée au-delà d'une profondeur de l'ordre de la dizaine de microns et l'aspect attendu facilement reconnaissable a été présenté dans la littérature. En particulier, Herms (Herms 2009b) observe ainsi des amorces localisées à l'apex de l'entaille en V. Ci-dessous, les observations MEB réalisées dans le cadre de cette étude illustrent l'aspect de la fissuration par CSC pour des amorces de 13  $\mu\text{m}$  de profondeur (Figure 4-16 a) et pour une fissure en mode propagation avec une profondeur maximale observée de 100  $\mu\text{m}$  (Figure 4-16 b).

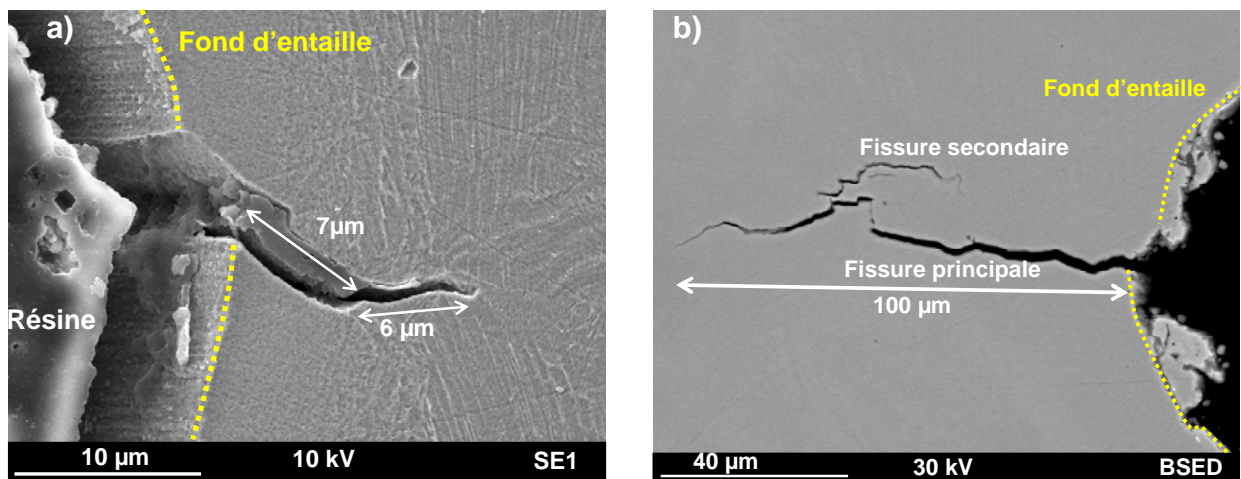


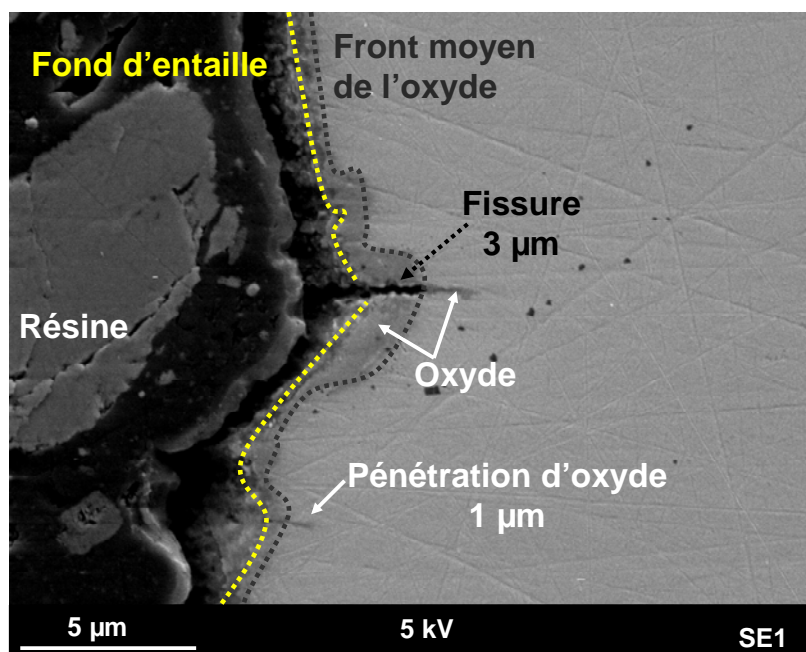
Figure 4-16 : Observations MEB de fonds d'entaille après essais de CSC : aspect de la fissuration

a) Amorçage (13  $\mu\text{m}$  de profondeur maximale)

b) Propagation de fissure après amorçage (100  $\mu\text{m}$  de profondeur maximale)

Des amorces de profondeur inférieure à 5  $\mu\text{m}$  ont été rapportées dans la littérature. On confirme que les amorces se développent à partir des défauts de surface (stries d'usinage). La présence d'oxyde le long et en avant du défaut facilite l'identification des amorces (Figure 4-17).





**Figure 4-17 : Observation MEB d'un fond d'entaille en U (électro-érosion + fil) après essai de CSC. Fissure (3 µm) et pénétration d'oxyde (1 µm) qui se prolongent au-delà du front moyen de l'oxyde.**

La surface en fond d'entaille présente une certaine rugosité, en particulier suite à un usinage par électro-érosion. Des fonds d'entaille en V et en U ne présentant aucune amorce après essai de CSC sont présentés respectivement Figure 4-18 et Figure 4-20. Des détails de la rugosité de surface associée sont disponibles Figure 4-19 et Figure 4-20. Les observations sur coupes confirment les conclusions des observations réalisées en surface. Le profil des entailles en V usinées par rectification est plus lisse que dans le cas d'un usinage par électro-érosion (U ou V), pour lequel le profil de l'entaille présente de nombreuses irrégularités. Dans les deux cas, de courts défauts (profondeur < 1 µm) ont été observés dans la continuité des stries d'usinage (Figure 4-19 et Figure 4-20 défauts a, b, c, e). La faible profondeur rend difficile l'identification des amorces de fissures de CSC. Le contraste du défaut repéré Figure 4-19 est cohérent avec une pénétration d'oxyde. Toutefois, en l'absence de zone oxydée autour du défaut, ce dernier ne sera pas considéré comme une amorce.

De plus, l'ouverture des défauts de surface Figure 4-20c) et e) ne correspond pas à la morphologie attendue des fissures de CSC. L'amorçage des fissures de CSC sur un défaut de surface est malgré tout possible. Il faut alors être capable de différencier avec certitude les irrégularités du fond d'entailles et les amorces. Imposer une profondeur minimum pour l'identification du défaut permet de s'affranchir des artefacts liés aux irrégularités de surface. Toutefois, un critère en profondeur n'est pas suffisant.

Le défaut repéré Figure 4-20a) a une profondeur trop courte pour être indexé en tant que fissure de CSC ou pénétration d'oxyde dans notre étude. De plus, la direction de propagation du défaut n'est pas perpendiculaire à l'entaille. C'est également le cas du défaut repéré Figure 4-20 d), dont la profondeur dépasse les 3 µm. Aucune zone oxydée n'est repérée autour ou en avant du défaut d). La direction de propagation est parallèle à la surface en fond d'entaille, c'est vraisemblablement un repli métallique.

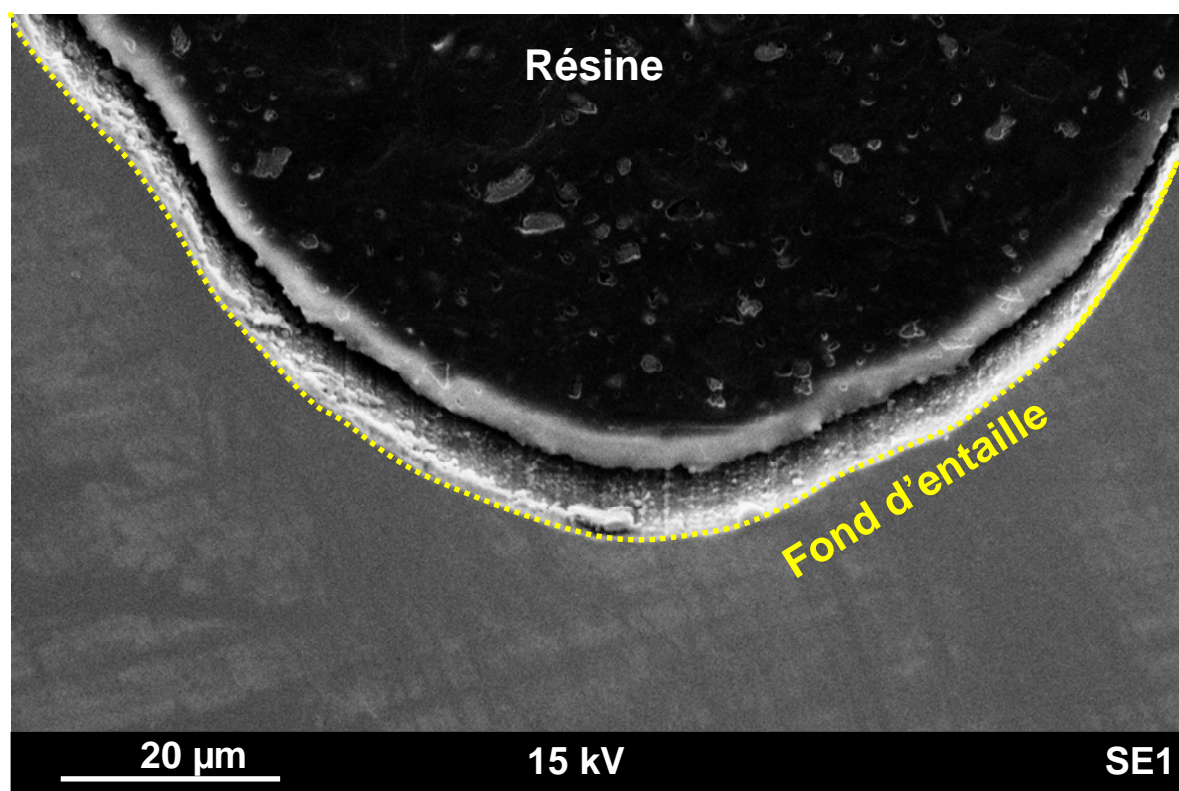


Figure 4-18 : Observation MEB d'un fond d'entaille en V usiné par rectification après essai de CSC.  
Absence de fissuration par CSC

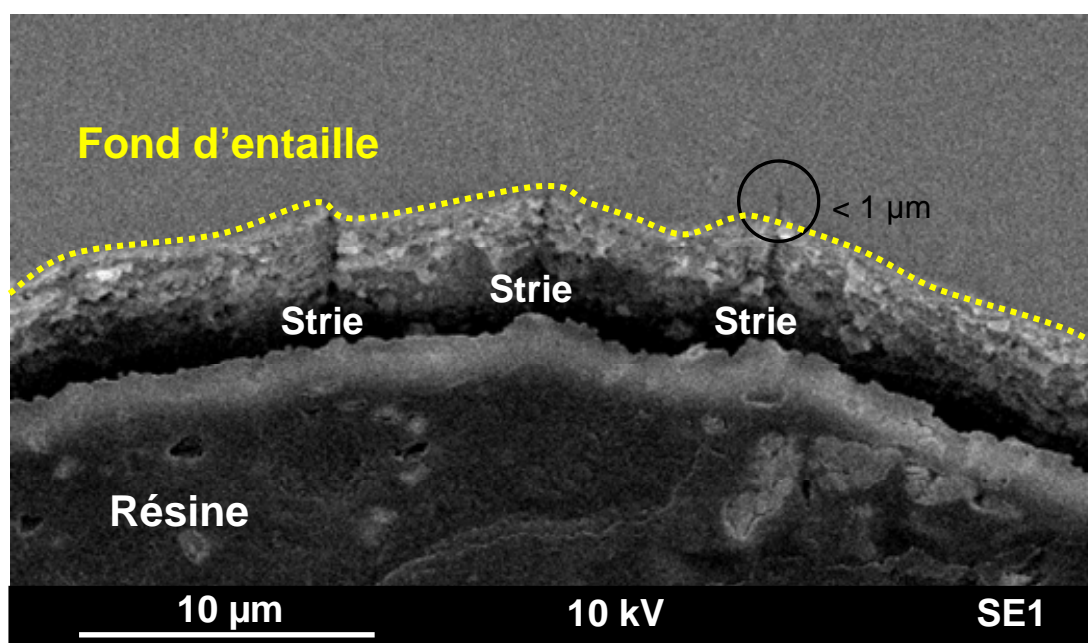
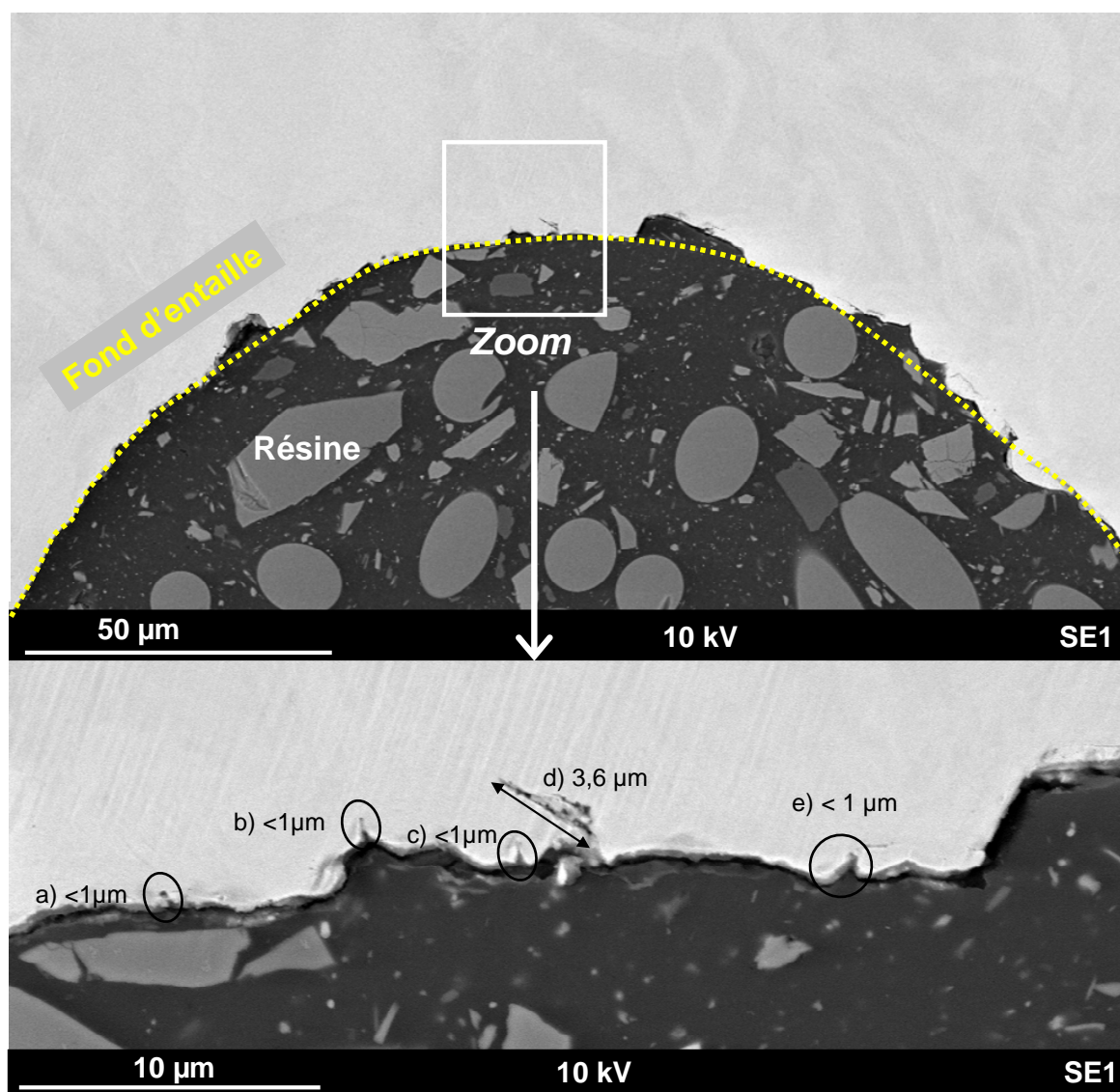


Figure 4-19 : Observation MEB d'un fond d'entaille en V (rectification) après essai de CSC- Présence de stries d'usinage, dont une est prolongée par un court défaut (1  $\mu\text{m}$ )



**Figure 4-20 : Observations MEB d'un fond d'entaille en U (électro-érosion, pas de passage de fil) après essai de CSC. Détail du fond d'entaille : nombreux défauts. Absence de fissuration avérée**

Pour identifier des amorces de quelques micromètres de profondeur ou moins, il est donc nécessaire de se doter de critères d'interprétation des observations.

Au regard de la rugosité de surface et des moyens de détection mis en œuvre (microscopie optique, MEB), un seuil de détection de fissure a été choisi arbitrairement égal à 1 µm. En effet, à partir d'un micromètre, la profondeur est alors suffisante pour observer la forme de la fissure et la distinguer d'un défaut de surface lié à l'usinage. Pour réaliser cette distinction, trois critères sont retenus :

- l'ouverture de la fissure. On s'attend à ce que les amorces, en particulier lorsque la profondeur est faible, soient peu ouvertes. Un défaut d'un micromètre de profondeur présentant une largeur d'ouverture importante avant attaque sera considéré comme un défaut d'usinage plutôt qu'une amorce.
- la localisation sur un joint de grains est un indice favorable à un amorçage intergranulaire. Toutefois, des amorces intragranulaires sont également attendues. Pour identifier la localisation inter- ou intragranulaire du défaut, une attaque doit être réalisée. Or, une attaque creuse le relief, l'ouverture des défauts est accentuée après attaque. Une observation au MEB doit donc être réalisée avant attaque.
- la présence d'oxyde autour et en avant de la fissure (avant attaque).

Les défauts de profondeur supérieure à 1 µm qui répondent au moins à l'un de ces trois critères seront candidats à l'indexation comme amorce. Une difficulté plus importante consistera à distinguer amorces (ouvertes) et pénétrations d'oxyde. Une pénétration d'oxyde peut également être observée



sur les lèvres des fissures et donc traduire l'éventuelle présence d'une fissure (ouverte) dans les plans supérieurs ou inférieurs. Il peut également s'agir de fissures ou de pénétrations secondaires. Dans le cadre d'un mécanisme d'oxydation sélective assistée par la plasticité tel que proposé par Couvant (Couvant 2007a), il faudra prendre en compte les pénétrations d'oxyde dans le dépouillement des résultats d'amorçage. Au cours du dépouillement des résultats expérimentaux, nous essaierons au mieux de séparer les populations d'amorces (au sens de fissures) et les populations de pénétrations d'oxyde. L'indexation en tant que pénétration d'oxyde ou fissure peu ouverte repose essentiellement sur les contrastes chimiques et topographiques des images obtenues (Figure 4-17).

L'observation sur coupe ou par polissages successifs permet la recherche du maximum de profondeur des fissures. Plus le nombre d'observations est élevé, plus la valeur observée se rapprochera de la valeur réelle du maximum de profondeur. Le faible nombre d'observations par éprouvette introduit donc un biais que seule la connaissance de la répartition réelle des fissures en fond d'entaille permettrait d'estimer.

Toutefois, en combinant la répétition des conditions testées et la répétition des observations (coupe ou polissage) pour chaque type d'entaille, un traitement semi-statistique est envisageable. Un traitement statistique satisfaisant nécessiterait un échantillonnage plus important que celui qu'il a été possible de réaliser du fait des limitations expérimentales (en particulier le nombre d'éprouvettes par ligne d'amarrage et la durée des essais).

Dans la suite de l'étude, l'amorçage sera considéré comme avéré dès l'observation d'une amorce de plus d'un micromètre de profondeur et satisfaisant à au moins l'un des trois critères définis précédemment. Ce critère binaire (amorçage / pas amorçage) permet de comparer la sensibilité à l'amorçage vrai des couples matériau / pré-déformation en termes de temps d'amorçage et de seuil de contrainte (s'il existe). Pour des conditions d'essais comparables (durée et chargement  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$ ), la sensibilité à l'amorçage peut se quantifier par :

- le nombre d'amorces (et des pénétrations d'oxyde, le cas échéant),
- la profondeur des amorces (et de pénétrations d'oxyde le cas échéant).

Le nombre d'amorces ou de pénétrations d'oxyde observé par entaille est tributaire du nombre d'observations. Le nombre d'amorces sera donc normalisé par le nombre d'observations réalisées ainsi que par la longueur d'arc ( $l_{\text{arc}}$ ) du fond d'entaille examinée à chaque observation (Figure 4-21). La grandeur obtenue est homogène à une densité linéique  $d$  ( $\mu\text{m}^{-1}$ ). On considérera que la somme totale des longueurs d'arc observées est comparable à la longueur d'arc à mi-épaisseur de l'éprouvette multipliée par le nombre d'observations. En effet ces deux grandeurs sont identiques lorsque la méthode de coupe en quartiers a été adoptée. Lorsque la méthode des polissages successifs a été utilisée, une approximation est introduite, car la longueur d'arc observée varie à chaque étape. Une fois les populations de fissures et de pénétrations d'oxyde caractérisées par la distribution des profondeurs  $p_i$  observées par entaille, il est possible de décrire plus synthétiquement la profondeur par :

- la profondeur médiane :  $p_{\text{med}}$  ( $\mu\text{m}$ )
- l'amplitude de la distribution  $p_{\text{max}}-p_{\text{min}}$  ( $\mu\text{m}$ ).
- la profondeur moyenne  $p_{\text{moy}}$  ( $\mu\text{m}$ ).

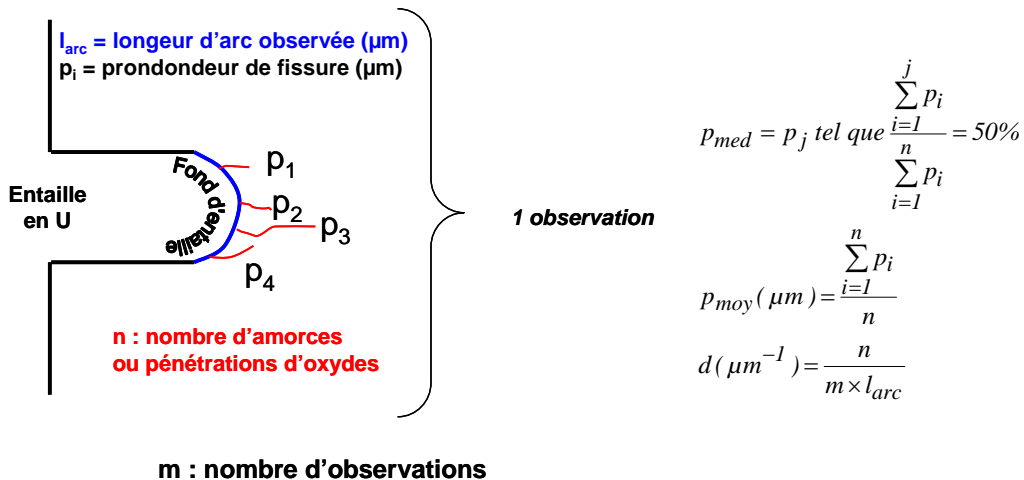


Figure 4-21 : Dépouillements sur coupe. Définition de la profondeur médiane, de la profondeur moyenne et de la densité linéique

L'amplitude des distributions de profondeurs observées est généralement équivalente à la profondeur maximale de fissures, à quelques micromètres près, car des fissures de très faibles profondeurs (proche du micromètre) ont été observées. Le paramètre « profondeur maximale » rend donc correctement compte de l'amplitude de la distribution.

Un couple matériau / chemin de déformation pourra être défini comme sensible à la CSC s'il présente des amorces nombreuses et / ou longues. Mais comment évaluer la sensibilité relative lorsque sont observées:

- des fissures rares et longues ?
- des fissures nombreuses et courtes ?

En utilisant la définition de l'amorçage vrai, qui correspond au stade d'apparition du défaut, c'est le nombre de fissures avérées qui prédomine. La sensibilité à l'amorçage vrai est plus importante dans le cas de fissures nombreuses mais courtes que dans le cas de fissures rares et profondes. La profondeur n'est alors traitée que comme la propagation du défaut. Toutefois, l'observation et l'identification des défauts comme des amorces nécessitent une certaine profondeur (au moins 1 µm). D'un point de vue pratique, la notion d'amorçage expérimental est davantage adaptée aux études de laboratoire. On rappelle que l'amorçage expérimental est défini comme l'addition des étapes d'amorçage vrai et de propagation lente jusqu'à la transition « propagation lente / propagation rapide ». La limite de l'amorçage expérimental n'est pas connue dans les conditions de notre étude, mais les données issues de la littérature permettent de l'estimer à quelques dizaines de µm en fonction de la taille de grains du matériau et du niveau d'écrouissage. Pour rendre compte de la sensibilité à l'amorçage, il est donc nécessaire de prendre en compte la création du défaut et sa propagation jusqu'à la dimension critique. Un critère global CG scalaire intégrant à la fois profondeur et densité linéique devient nécessaire. Il est défini par l'équation 4-1 :

$$CG = \frac{n \times \sum_{i=1}^n p_i}{m \times l_{arc}} \quad 4-1$$

Le critère global pourra être appliqué à l'amorçage vrai ou à l'amorçage expérimental en seuillant les profondeurs de fissures prises en compte.

## 4.2.2. Examen non destructif avec un rayonnement synchrotron à l'ESRF

Etude réalisée avec Henry Proudhon et avec la participation de Thilo Morgeneyer

### 4.2.2.1. Principe (Maire 2004)

Lorsqu'un faisceau de photons arrive sur un échantillon de matière, une partie seulement des rayons incidents est transmise. La loi dite de Beer-Lambert permet de calculer le nombre de photons transmis en fonction du coefficient d'absorption  $\mu$  le long du trajet parcouru par les photons. Si un rayonnement monochromatique est utilisé, le coefficient d'absorption varie uniquement en fonction des caractéristiques de l'échantillon (composition, épaisseur traversée). Les variations locales du coefficient d'absorption sont à l'origine du contraste observé. La détection des photons transmis par l'échantillon permet de calculer la valeur du coefficient  $\mu$  en tout point de l'échantillon. La taille de chaque point considéré est appelée voxel, nous verrons qu'elle dépend essentiellement du système d'imagerie dans le cas d'une radiographie synchrotron. L'absorption des photons par la matière est d'autant plus faible que l'énergie des photons est élevée. En utilisant un rayonnement synchrotron, il est donc possible d'imager des échantillons absorbants et / ou massifs.

La production de photons est assurée par le mouvement d'électrons qui tournent dans un anneau de stockage. Le rayonnement RX est émis dans une direction tangente à la trajectoire des électrons qui est courbée par le champ électro-magnétique appliqué. Le rayonnement ainsi produit est polychromatique et très énergétique. Il permet de sélectionner un rayonnement monochromatique dans une large gamme d'énergie (6 à 150 keV). Travailler avec un faisceau monochromatique facilite l'analyse quantitative des images. Le faisceau émis est également très intense, ce qui permet d'assurer, y compris après sélection monochromatique, des temps de pose très courts ainsi qu'un bon rapport signal / bruit. De plus, la cohérence spatiale du faisceau permet d'assurer la construction d'interférences et de ce fait de travailler en contraste de phase. On peut de plus considérer les rayons

émis comme parallèles, d'autant plus que la source est éloignée de l'objet à analyser.

La conversion des RX en lumière visible est réalisée par un écran luminescent. L'image ainsi formée est agrandie et projetée sur une caméra CDD. La caméra Frelon a été développée spécifiquement pour ces applications par l'ESRF. Actuellement la meilleure résolution possible à l'ESRF est de 0,3  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ .

#### 4.2.2.2. Différentes méthodes d'imagerie par rayons X : radiographie et laminographie

En radiographie, seule une projection sur un plan 2D de l'échantillon est obtenue. L'échantillon est perpendiculaire au faisceau incident (Figure 4-22).

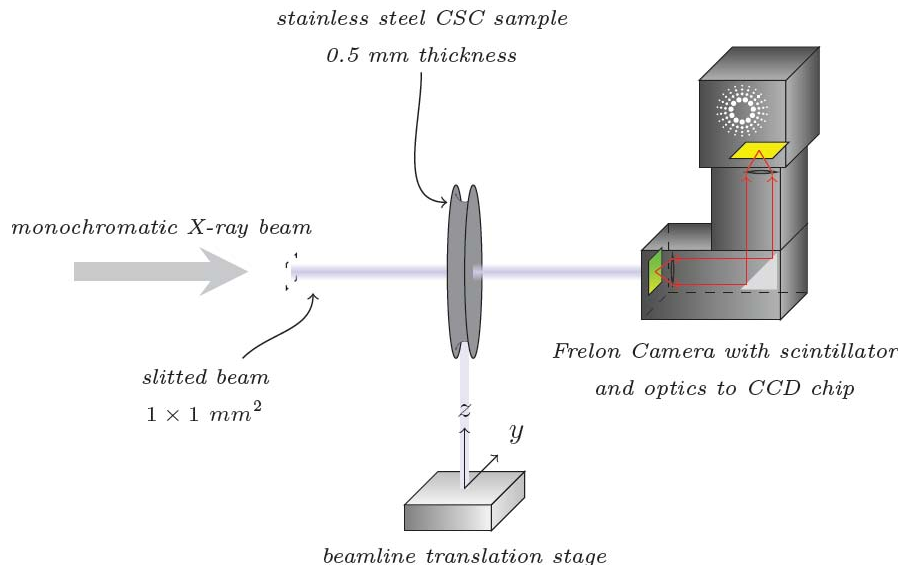


Figure 4-22 : schéma de principe de la radiographie par RX

Pour la tomographie, l'échantillon est monté sur une platine capable d'effectuer une rotation de 360°C avec une grande précision. L'axe de rotation est perpendiculaire au faisceau incident. Pour chaque angle de rotation, une radiographie est réalisée. La reconstruction 3D par la méthode dite de rétroprojection filtrée est d'autant plus précise que le nombre de radiographies est élevé (Buffiere, 2005).

La laminographie par rayonnement synchrotron est une méthode d'imagerie 3D d'objets minces qui a été développée à l'ESRF (Helfen 2011). La laminographie s'apparente à la tomographie décrite précédemment. Dans les deux cas, l'objet à analyser est imagé tri-dimensionnellement par acquisition d'un grand nombre de projections. Le volume tri-dimensionnel est ensuite reconstitué par calculs numériques. La différence avec la tomographie réside dans l'angle d'incidence du faisceau qui vaut 90° pour la tomographie et qui est inférieur à 90° dans le cas de la laminographie. L'échantillon à analyser est donc en rotation autour d'un axe non perpendiculaire au faisceau, ce qui permet pour les échantillons plans et minces de pouvoir les imager sans que le faisceau soit absorbé suivant les axes de grandes dimensions. Toutefois, avec la laminographie, la résolution est dégradée quand on s'éloigne du centre de rotation de l'échantillon.

#### 4.2.2.3. Application de la radiographie à notre étude

Les examens effectués sur les quarts d'éprouvettes sont destructifs et ne garantissent pas l'absence de fissure lors de l'examen, puisque ces observations dépendent du plan de la coupe effectuée. Afin d'essayer de résoudre ce problème, nous avons tenté une observation globale du fond d'entaille au moyen d'une observation tomographique réalisée à l'aide du faisceau synchrotron de l'ESRF (Grenoble – ligne ID19). En effet, ce faisceau est à la fois suffisamment énergétique (20 keV) pour pouvoir traverser l'épaisseur d'un échantillon de 500  $\mu\text{m}$  ou moins, et le flux de lumière monochromatique suffisamment intense pour pouvoir réaliser l'analyse en un temps acceptable (soit environ 30 minutes par entaille). On atteint une résolution spatiale sub-micronique qui, couplée au contraste de phase devrait être suffisante pour révéler la présence des fissures de manière non

destructive.

#### 4.2.2.3.1 Préparation des échantillons

Un cylindre de 6 mm de hauteur centré sur l'entaille est découpé par électroérosion. Par polissage de part et d'autre de l'entaille, la hauteur du cylindre est réduite à environ 450  $\mu\text{m}$ , de façon à obtenir un objet mince. Le polissage final est réalisé à l'aide du papier 1200.

#### 4.2.2.3.2 Validation de la méthode

De courtes fissures (quelques microns) sont identifiables en fond d'entaille (Figure 4-23). Nous confirmons qu'il est possible d'imager des fissures de CSC dans les aciers inoxydables par radiographie sous rayonnement synchrotron. Toutefois, la profondeur des amorces observées n'est pas adaptée à la méthode qui présente une résolution insuffisante ( $0,7 \mu\text{m}.\text{pixel}^{-1}$ ).

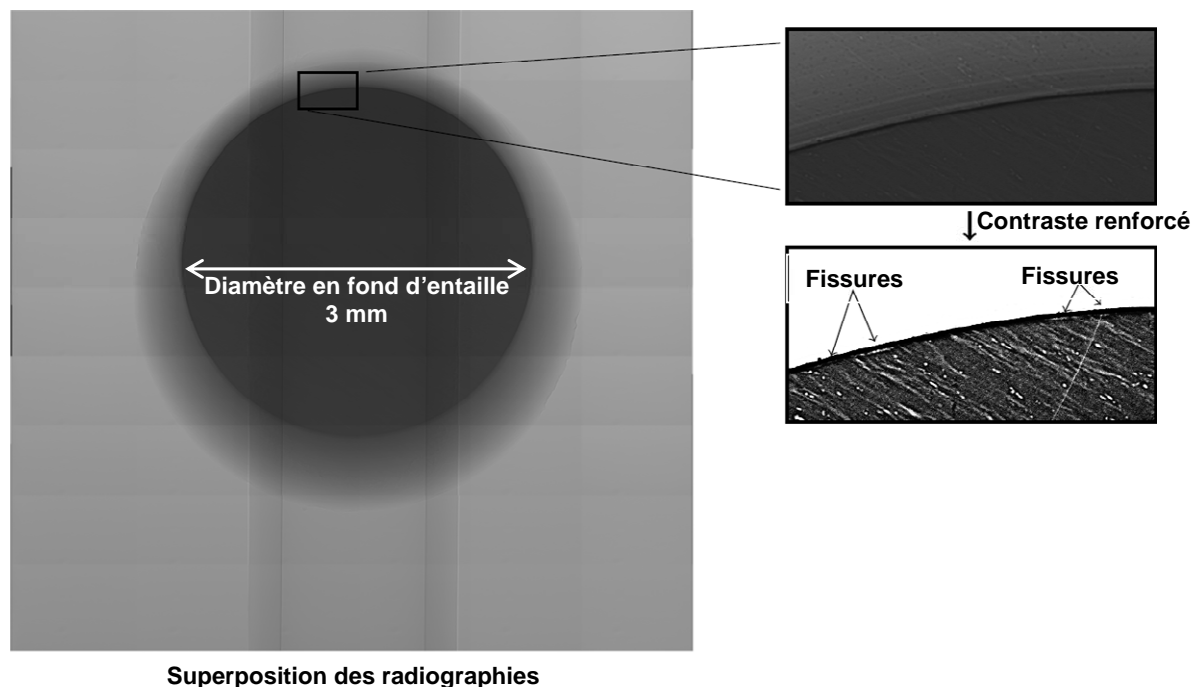


Figure 4-23 : Résultats de radiographie par rayonnement synchrotron avant et après reconstruction de l'image. Observation d'amorces en fond d'entaille

#### 4.2.2.4. Laminographie

L'entaille a été préparée suivant le procédé décrit pour la radiographie. L'épaisseur obtenue après polissage final (papier 1200) est de 550  $\mu\text{m}$ .

La laminographie est une technique radiographique disponible à l'ESRF et adaptée à l'étude d'objet en 2D avec une rotation de l'échantillon autour de la normale au plan de l'objet. Cette technique semble plus adaptée à la géométrie des fissures attendues de par l'effet du plan de projection qui doit être normal au plan d'ouverture des fissures pour obtenir un contraste optimal. L'imagerie par laminographie a été réalisée sur la ligne ID 19 à l'ESRF. La taille de voxel est de 0,77  $\mu\text{m}$ , soit une résolution spatiale approchant 1  $\mu\text{m}$ . Plus d'une demi-entaille a été imagée en 5 scans pour des angles de 55° à 303° soit un périmètre imagé en fond d'entaille de 6,5 mm environ (Figure 4-24).



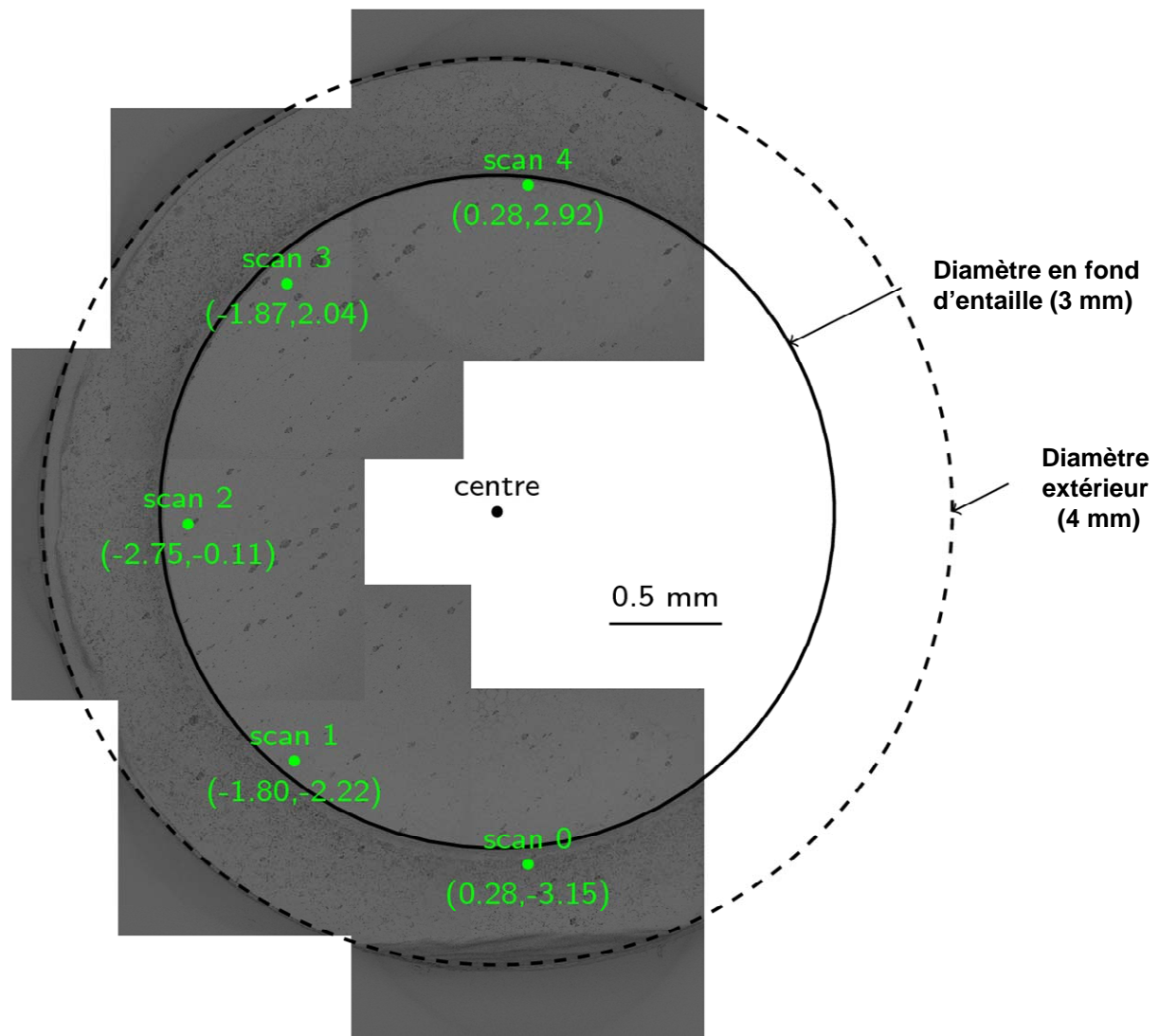


Figure 4-24 : Position des 5 scans réalisés

Nous cherchons à évaluer la profondeur des fissures telles qu'observées sur coupe axiale. La reconstitution est donc réalisée de façon à visualiser une série de coupes axiales, perpendiculaires à l'entaille. Un pas de  $2,6 \mu\text{m}$  sur le périmètre en fond d'entaille a été choisi, ce qui correspond à un pas angulaire de  $0,1^\circ$ . En tout, près de 3000 images ont été analysées.

Le dépouillement complet des 3000 images reconstituées du fond d'entaille (pas angulaire de  $0,1^\circ$ ) permettra de valider les profondeurs maximales mesurées sur coupe. Ces résultats seront présentés dans le chapitre suivant (Chapitre 5).

## Résumé

Le milieu primaire nominal des REP est présenté ainsi que la géométrie des éprouvettes cylindriques entaillées utilisées pour l'étude de l'amorçage. Des entailles périphériques à géométrie en U ou en V ont été utilisées dans cette étude. Les entailles en U ont généralement été privilégiées aux entailles en V, car à rayon de courbure et profondeur équivalents, le taux de triaxialité est plus important pour les entailles en U. Toutefois, les entailles en U et en V sont usinées via des procédés différents, ce qui génère des différences importantes en termes d'état de surface et d'écrouissage superficiel.

L'amorçage de la CSC est étudié sous chargement imposé. Les essais d'amorçage de la CSC sont réalisés à 360°C sous chargement cyclique de faible amplitude et de faible fréquence ( $2,9 \times 10^{-4}$  Hz), de façon à diminuer la durée des essais sans générer de fatigue-corrosion. Le paramètre retenu pour le chargement mécanique est la contrainte maximale en fond d'entaille divisée par la limite d'écoulement à 360°C. La valeur de la contrainte maximale atteinte en avant du fond d'entaille est calculée par éléments finis par extrapolation d'une courbe de traction.

Des bâtis de fluage modifiés ont été utilisés pour imposer la charge. La charge imposée est suivie tout au long de l'essai grâce à un capteur de force. L'utilisation d'un capteur de déplacement permet de surveiller indirectement la propagation des fissures. La teneur en hydrogène est suivie tout au long de l'essai par une sonde Ag/Pd.

Le dépouillement des essais d'amorçage est essentiellement réalisé sur coupe métallographique, ce qui ne donne accès qu'à une information partielle de l'amorçage des fissures de CSC en fond d'entaille. Pour améliorer la robustesse des résultats, les essais sont répétés, en général deux ou quatre fois, et plusieurs observations sur coupe sont réalisées pour chacune des entailles. Le nombre d'amorces observées est ensuite traduit en densité linéique d'amorces. Les profondeurs moyennes et maximales sont calculées pour chaque condition d'essai. Un critère global a été proposé pour intégrer les deux aspects de l'amorçage de la fissuration par CSC : la multiplicité des amorces et leur profondeur.

Ce critère global (CG) est calculé avec la formule suivante :

$$CG = \frac{n \times \sum_{i=1}^n p_i}{m \times l_{arc}}$$

Avec m : le nombre d'observations et n le nombre de fissures observées.

Une méthode d'examen non destructive a été utilisée pour une entaille. Plus de la moitié de cette entaille a été imagée par laminographie sous rayonnement synchrotron. Le dépouillement complet des 3000 images correspondant à des coupes virtuelles radiales à fond d'entaille tous les 2,6  $\mu\text{m}$  sera présenté dans le chapitre suivant.



## 5. Résultats

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus suite aux essais d'amorçage de la CSC sous chargement cyclique de forme trapèze pour les aciers inoxydables austénitiques 304L, 316L A et B pré-déformés.

La première partie de ce chapitre fournit une explication au choix des conditions d'essais appliquées sur la base des données de la littérature.

La deuxième partie est consacrée à la description des amorces de CSC. Les profondeurs obtenues sur coupe sont validées. La morphologie des amorces et les principaux résultats de l'étude des oxydes présents en fond de fissure en microscopie électronique à transmission sont présentés.

Dans une troisième partie, l'ensemble des résultats d'amorçage obtenus est analysé. Seul l'amorçage expérimental correspondant à des fissures «ouvertes» de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$  est considéré. On s'attachera à mettre en évidence l'effet des différents paramètres étudiés : la pré-déformation, le procédé d'écrouissage, le trajet de chargement, le niveau de contrainte, la durée, le matériau, ainsi que l'état de surface.

### 5.1. Essais de CSC sous chargement trapèze

Il est difficile, mais possible, d'obtenir des fissures de CSC en milieu primaire nominal sous chargement constant, que ce soit en amorçage (Herms 2011a) ou en propagation (Tribouilloy 2007b). La littérature fournit d'ailleurs un certain nombre de cas de fissuration, par exemple sous chargement statique. Les durées d'essai sont alors très longues et / ou les matériaux testés sont issus de la combinaison d'une nuance sensible et d'un écrouissage important (Herms 2010). Des chargements et déchargements partiels à basse fréquence et faible amplitude sont utilisés dans de nombreux laboratoires pour diminuer la durée des essais de propagation. On rappelle (Paragraphe 2.3.6.2, Figure 2-65) que la durée d'un essai d'amorçage de CSC sur un acier inoxydable écroui sollicité en conditions quasi-statiques est typiquement de l'ordre de plusieurs milliers d'heures, cette durée diminuant avec l'augmentation de la contrainte appliquée. Lorsqu'un chargement strictement statique est appliqué, la durée nécessaire à l'amorçage est multipliée par un facteur 3.

Au cours de cette étude, des essais d'amorçage de CSC ont été réalisés sous chargement trapèze ( $R = 0,8$ ,  $T_m = 57 \text{ min}$ ,  $f = 2,9 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$ ) sur trois aciers inoxydables austénitiques pour différents états d'écrouissage définis par un procédé de pré-déformation, un niveau de pré-déformation et un trajet de déformation. En faisant varier les paramètres caractéristiques de l'entaille (rayon en fond d'entaille, profondeur de l'entaille), il est possible de tester sur la même ligne, et donc sous la même force imposée, plusieurs niveaux de contrainte maximale  $\sigma_{\text{max}}$ . Deux procédés d'écrouissage ont été étudiés : un écrouissage par traction et un écrouissage par laminage.

L'ensemble des essais de CSC est réalisé à 360°C : les données de la littérature (Herms 2009a), (Herms 2011a) tendent à montrer que l'influence de la température sur l'amorçage est limitée dans la gamme [290°C-340°C]. Nous ne tiendrons pas compte de ce paramètre dans notre étude.

### 5.2. Description des amorces de fissures de CSC

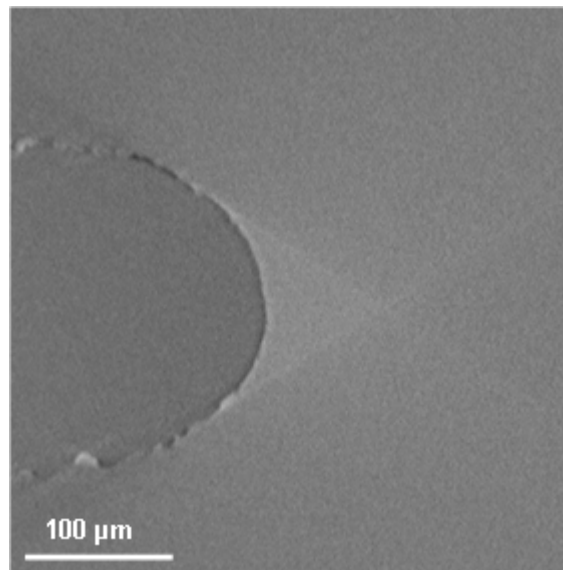
#### 5.2.1. Longueur et profondeur des amorces de fissures de CSC

Dans cette étude, les amorces de fissures de CSC ont été observées au MEB sur coupe axiale ou par polissages successifs. De ce fait, seule une information partielle sur l'état d'amorçage en fond d'entaille est collectée. Pour améliorer la représentativité des résultats, les observations destructives ont été répétées pour chaque entaille. De plus, chaque combinaison de conditions d'essai (matériau / pré-déformation / chargement / durée) a été répétée deux ou quatre fois suivant les entailles. La répétition des essais et des observations améliore la robustesse du résultat.

Toutefois, cette étude s'intéresse à des amorces. La majorité des défauts observés dans cette étude présente une faible profondeur et les observations MEB révèlent une faible ouverture. Il est donc nécessaire de s'interroger sur la probabilité d'observer une amorce sur une section de l'entaille. Nous devons également nous assurer de la pertinence des profondeurs maximales mesurées.

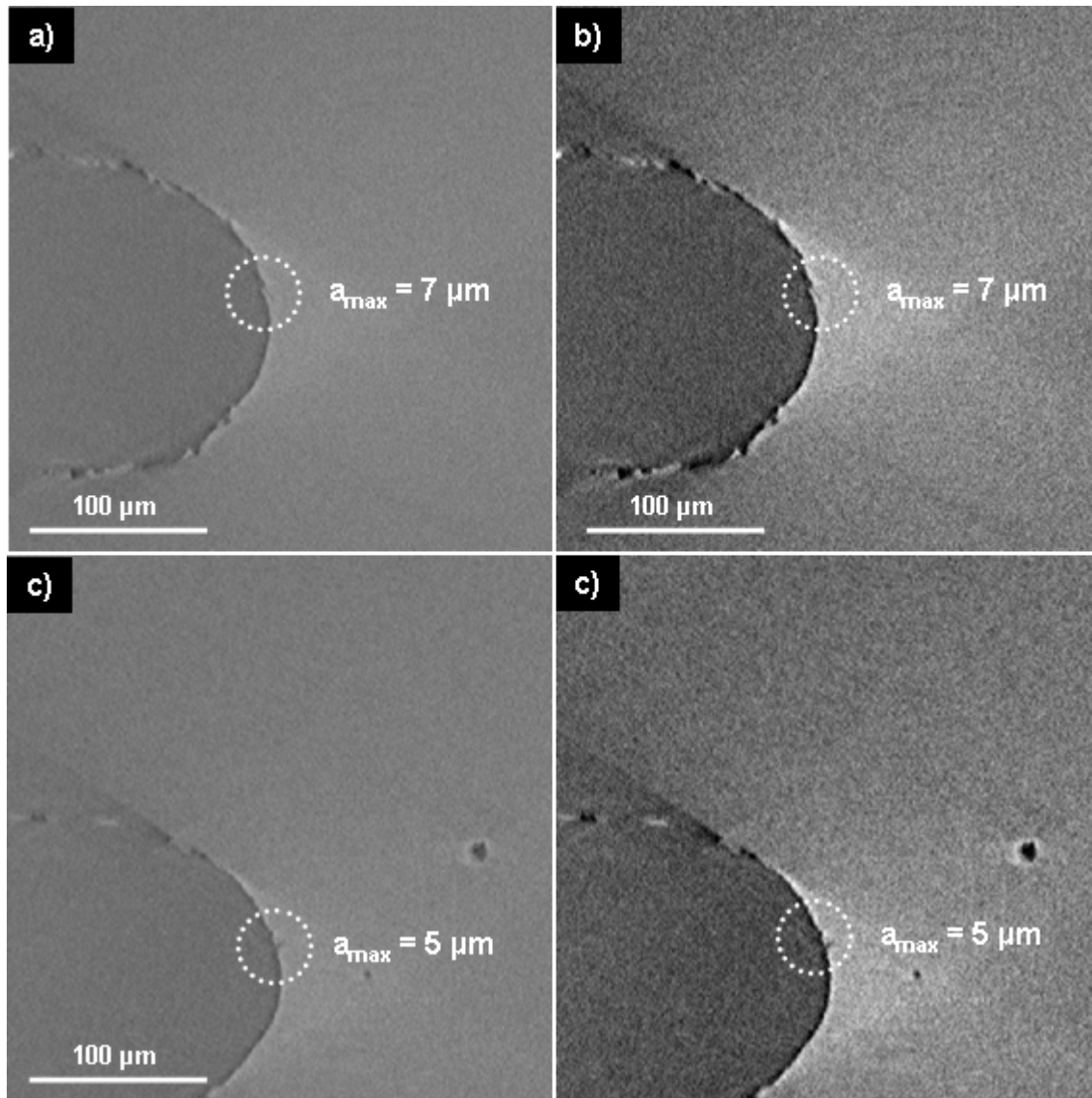
Pour accéder à la densité réelle de fissures, un examen non destructif a été réalisé par laminographie sous rayonnement synchrotron sur l'entaille 1510TE25 A d'un acier 304L pré-déformé par traction  $T(26\%)$ ,  $\alpha = 90^\circ$ . L'essai de CSC en milieu primaire a duré 5000 h sous un chargement trapèze  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ . Cinq scans ont été réalisés sur  $248^\circ$ , permettant d'imager plus des deux tiers du périmètre en fond d'entaille. Environ 3 000 coupes axiales de 500 pixels sur 500 pixels ont été reconstruites par interpolation avec un pas angulaire de  $0,1^\circ$  ce qui correspond à un déplacement de  $2,6 \mu\text{m}$  sur le périmètre en fond d'entaille. On rappelle que la taille de voxel est de  $0,77 \mu\text{m}$ , ce qui donne une résolution de  $0,77 \mu\text{m}$  par pixel.

L'analyse du fond d'entaille est ensuite réalisée sur les images reconstruites. Un exemple de reconstruction de coupe axiale est présenté Figure 5-1. Un contraste sombre définit le fond de l'entaille. Sur la Figure 5-1, aucune amorce n'est identifiable. L'image illustre les contrastes en niveaux de gris obtenus dans l'acier en l'absence de fissuration. Elle fournit également une information sur la rugosité propre au fond de l'entaille. Les fissures seront identifiées par comparaison avec cette image de référence.



**Figure 5-1 : Imagerie en laminographie sous rayonnement synchrotron. Coupe axiale reconstruite par interpolation. Entaille 1510TE25 A, acier 304L,  $T(26\%)$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ , 5000 h. Absence de défaut**

Les amorces les plus ouvertes sont celles qui présentent le meilleur contraste. Elles sont facilement repérables malgré leur faible profondeur, comprise entre 10 et  $20 \mu\text{m}$ .



**Figure 5-2 : Imagerie en laminographie sous rayonnement synchrotron de l'entaille 1510TE25 A - (a) et (c) Coupes axiales reconstruites par interpolation et présentant chacune une amorce en fond d'entaille. Exemples d'amorces en fond d'entaille présentant un faible contraste. (b) et (d) images (a) et (c) avec accentuation des contrastes**

Toutefois une grande partie des amorces repérées sont moins ouvertes et présente donc un faible contraste qui, de plus, est souvent couplé à une faible profondeur (souvent moins de 10 pixels), ce qui rend délicate l'analyse (Figure 5-2). Seules les amorces visibles sur trois coupes axiales successives ont été indexées.

Au total, 60 amorces ont été identifiées sur le périmètre en fond d'entaille imagé (6,5 mm). Elles sont caractérisées par :

- leur longueur qui est calculée à partir du nombre de coupes axiales présentant l'amorce,
- leur profondeur.

Les caractéristiques de la distribution des amorces sont synthétisées dans le Tableau 5-1. Le fond d'entaille présente des amorces sur 28% de son périmètre. Si on suppose que les amorces sont toutes de même longueur et réparties de façon homogène, la probabilité d'observer une amorce sur une coupe axiale est de 0,28. Expérimentalement, pour une coupe axiale, deux observations du fond d'entaille sont réalisées. La probabilité d'observer une amorce est alors de 0,6, en supposant les détections d'amorces indépendantes les unes des autres. Toutefois, la distribution des amorces sur le périmètre du fond d'entaille est hétérogène, de même que la longueur individuelle des fissures. Ce calcul, très simplifié, montre que la détection d'amorces sur coupe de l'entaille 1510TE25 A est raisonnablement envisageable. On notera que la profondeur maximale de fissure mesurée est de 19  $\mu\text{m}$ .

**Tableau 5-1 : Entaille 1510TE25A. Caractéristiques de la distribution des amorces identifiées sur les coupes axiales reconstruites après laminographie sous rayonnement synchrotron**

Longueur des amorces		Profondeur des amorces	
Moyenne (µm)	31	Moyenne (µm)	8
Médiane (µm)	24	Médiane (µm)	7
Ecart type (µm)	24	Ecart type (µm)	4
Maximum (µm)	120	Maximum (µm)	19
Minimum (µm)	8	Minimum (µm)	2
Longueur cumulée (µm)		1835	
Périmètre imagé (µm)		6493	
Taux de recouvrement (%)		28	

Le taux de recouvrement est défini par l'équation suivante :

Taux de recouvrement (%) = Longueur cumulée de fissures / Périmètre indexé

**5-1**

Nous allons maintenant comparer les données collectées sur les deux tiers du périmètre d'une entaille et les données obtenues classiquement par examen destructif sur trois entailles similaires (même conditions expérimentales). L'ensemble des résultats est présenté au Tableau 5-2.

**Tableau 5-2 : Comparaison du nombre de fissures et des profondeurs moyennes et maximales obtenues sur coupes métallographiques et par imagerie non destructive**

Acier 304L T(26%) β = -0,5 5000h	Méthode d'observations	Eprouvettes	Entaille	$\sigma_{max}/R'p^{0.2}$ (360°C)	Coupe	Nombre d'observations réalisées	Nombre de fissures	Densité linéique de fissure (µm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures	Profondeur maximale des fissures (µm)
	Coupe	1510TE7	A	2,25	oui	6	9	0,0048	6	17
		1510TE7	B	2,25	oui	2	4	0,0064	3	4
		1510TE25	B	2,25	oui	4	7	0,0056	2	5
	moyenne sur coupe	-	-	2,25	oui	12	20	0,0053	4	17
	imagerie synchrotron	1510TE25	A	2,25	non	2/3 de l'entaille	60	-	7	18

Les profondeurs moyennes et maximales obtenues sur coupes métallographiques sont cohérentes avec les profondeurs obtenues par laminographie. On vérifie la nécessité de répéter les observations pour améliorer la précision de la méthode. On remarque que la densité linéique moyenne sur coupe est égale à 0,0053 µm<sup>-1</sup>. Cela signifie que sur une coupe axiale de l'entaille, une à deux fissures ont été repérées. Par contre, sur les coupes axiales reconstruites après laminographie, seule une fissure a été observée par coupe, à de très rares exceptions près. Deux fissures ont été identifiées sur la même coupe axiale, trois fois seulement, pour un total de 60 amorces. La résolution de la méthode peut fournir une explication. La résolution en laminographie est de 0,77 µm par pixel, il est donc difficile d'identifier des amorces de quelques microns. On rappelle également que seuls les défauts présents sur trois images successives (soit une longueur de 8 µm) ont été indexés de façon à éviter les artefacts. Par contre, la résolution du MEB couplée au contraste chimique des oxydes le long des amorces, permet d'identifier des amorces de quelques microns. On confirme donc que les observations MEB sont adaptées à la détection des amorces, à condition que le taux de recouvrement soit suffisant.

## 5.2.2. Morphologie de l'amorçage des fissures de CSC

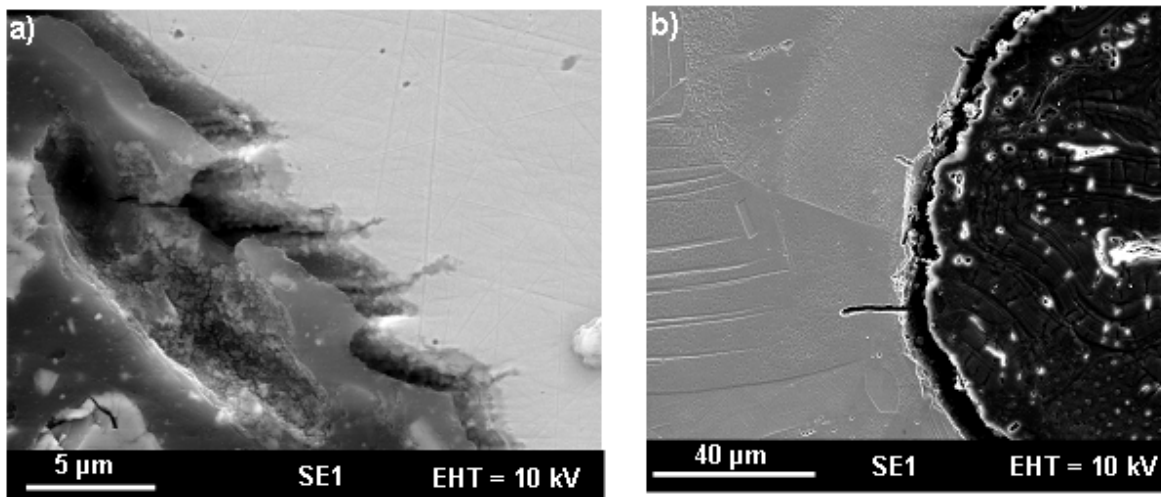
Herms observe un amorçage intragranulaire des fissures de CSC pour l'acier 316L B pré-déformé par laminage L(40%) soumis à un chargement trapèze suivi d'une propagation intergranulaire des fissures (Herms 2011a). Couvant (Couvant 2004b) montre que les trajets de chargement complexes, conduisent à une fissuration mixte majoritairement intergranulaire. Il observe un amorçage intergranulaire pour l'acier 304L et 316L A lors d'essais de traction lente.

Dans cette étude, les fissures s'amorcent-elles de façon intergranulaire ou intragranulaire? Une transition intragranulaire / intergranulaire est-elle observée comme c'est le cas pour l'acier 316L B (Herms 2011a) après pré-déformation par laminage?

Les amorces observées sont majoritairement intragranulaires pour les trois matériaux de l'étude quels que soient les niveaux et le mode de pré-déformation. Toutefois, il a souvent été impossible d'identifier la morphologie des amorces peu profondes, en raison de la difficulté à révéler la microstructure dans la zone du fond d'entaille. De plus, des exemples d'amorces clairement



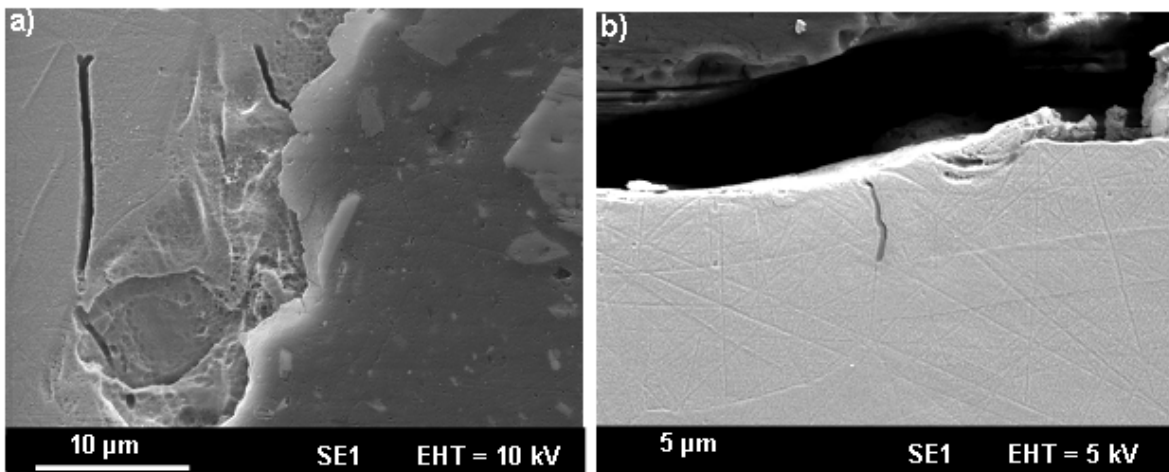
intergranulaires ont été identifiés sur coupe pour l'acier 304L pré-déformé par traction.



**Figure 5-3 : Amorçage intragranulaire**

(a) Eprouvette 1510TE7, entaille B, acier 304L, T(26%), 5000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,25$ , morphologie intragranulaire probable mais non confirmée

(b) Eprouvette 1617TCEA1, entaille B, acier 316L B, T(36%), 3000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,20$



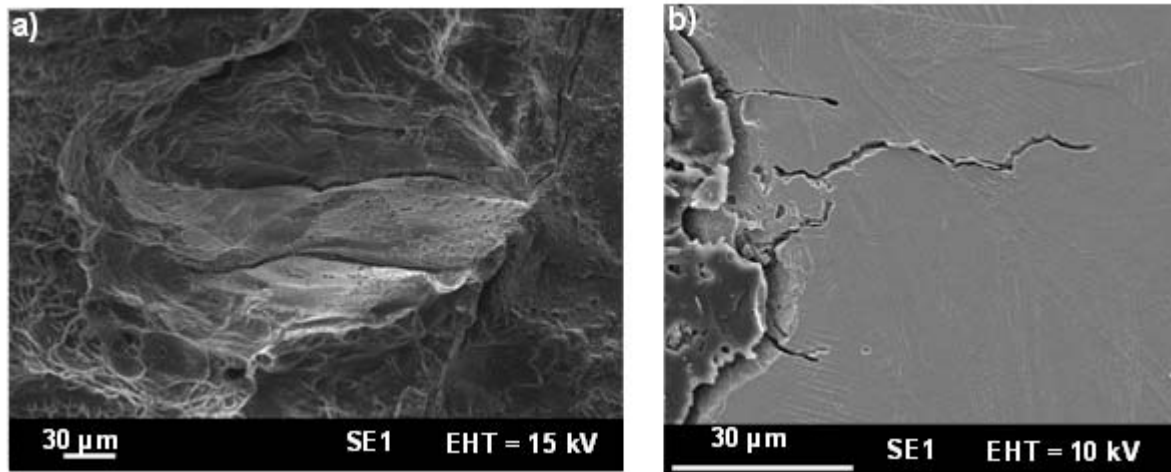
**Figure 5-4 : Amorçage intergranulaire**

(a) Eprouvette 1510TE7, entaille A, acier 304L, T(26%), 5000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,25$ .

(b) Eprouvette 1510TE6, entaille B, acier 304L, T(26%), 3000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$

Une fissure propagée intergranulairement (Figure 5-5) a été identifiée sur un faciès de rupture (acier 316L B, L(40%)) ce qui est cohérent avec les conclusions du CEA (Herms 2011a). La zone d'amorçage identifiée sur le faciès de rupture est également intergranulaire, alors que Herms rapporte un amorçage intragranulaire dans des conditions similaires en termes de pré-déformation et de chargement relatif.

De plus, une fissure ayant amorcé intragranulairement sur l'acier 316L A, L(40%) conserve une morphologie intragranulaire sur toute la longueur propagée (Figure 5-5).



**Figure 5-5 : a) Amorçage et propagation intergranulaires, éprouvette 1617L40CEA2, entaille V, acier 316L B L(40%), 4400 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 340^{\circ}\text{C}} = 2,05$   
b) Amorçage et propagation intragranulaires, éprouvette 1617L40T3, entaille B, acier 316L A L(40%), 1400 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 340^{\circ}\text{C}} = 2,40$**

### 5.2.3. Caractérisation d'une fissure en microscopie électronique en transmission

Etude en partie réalisée par C. Duhamel

Avant de présenter par la suite l'ensemble de nos résultats, nous avons, avant tout, cherché à caractériser du point de vue physico-chimique les amorces de fissures et les fissures observées en fond d'entaille afin de valider notre démarche et de vérifier son adéquation avec les résultats de la littérature (Herms 2011b), (Couvant 2008). Pour ce faire nous avons voulu prélever, au sein de l'un des matériaux de l'étude, une lame mince contenant une fissure et une pénétration d'oxyde afin de faire une caractérisation fine en MET de la nature des couches d'oxyde. Le microscope électronique en transmission utilisé est un microscope Tecnai F20 à canon à effet de champ, travaillant à 200 kV.

La présence de pénétrations d'oxyde peut être considérée comme une amorce de fissure dans le cadre du mécanisme d'oxydation assistée par la localisation de la déformation proposé par Couvant (Couvant 2008). Les caractérisations en microscopie électronique en transmission permettent d'accéder à la nature et à la répartition des oxydes dans la fissure et donc d'améliorer la description des oxydes observés au MEB.

#### 5.2.3.1. Présentation de la démarche

##### 5.2.3.1.1 Zone de prélèvement

La fissure retenue pour l'analyse en MET a été observée sur l'éprouvette 1510TE7, entaille B, acier 304L pré-déformé par traction T(26%) soumis à un chargement  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} = 2,25$  pendant 5000 h. Cette entaille est équivalente à celle étudiée à l'ESRF. Le prélèvement a été effectué au FIB (Focused Ion Beam), méthode qui permet de localiser avec une grande précision le site de prélèvement de la lame mince.

La zone d'intérêt est repérée au MEB (Figure 5-6). On souhaite caractériser au MET une amorce de 3,2 µm de profondeur présentant de part et d'autre des lèvres de la fissure une large zone oxydée, aisément identifiable au MEB grâce à son contraste chimique différent de celui de l'acier (Figure 5-6). On appellera cette amorce la fissure principale de la lame. Le fond de l'entaille présente d'autres fissures et pénétrations d'oxyde. Nous observons qu'une pénétration d'oxyde, à moins qu'il ne s'agisse d'une fissure très peu ouverte, est proche de la fissure sélectionnée.

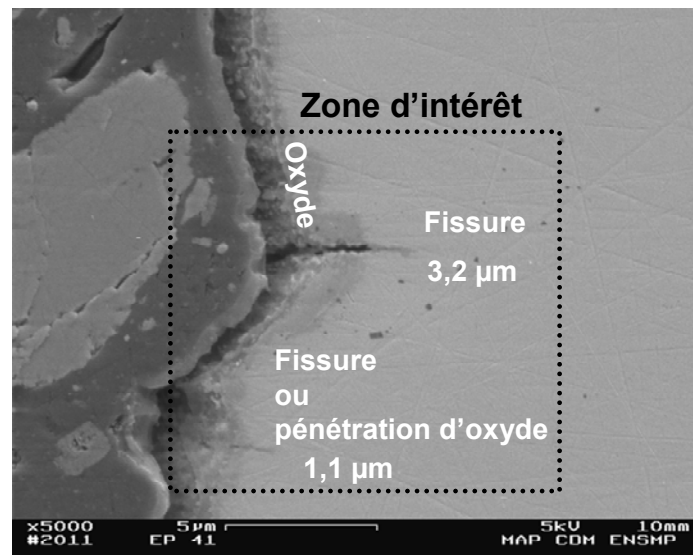
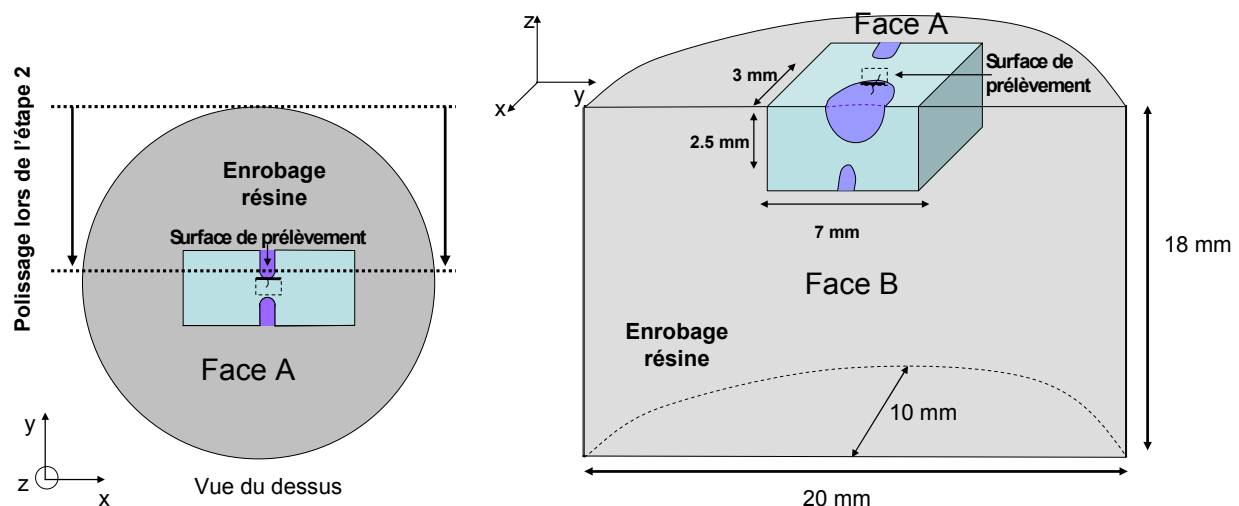


Figure 5-6 : Amorces présentes dans la zone de prélèvement de la lame mince. Epreuve 1510TE7, entaille B, acier 304L, T(26%), 5000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$

### 5.2.3.1.2 Prélèvement de la lame au FIB

La lame est prélevée par FIB (Focused Ion Beam) par SERMA Technologies (Grenoble). La méthode FIB permet une grande précision dans la localisation de la lame mince. Le prélèvement, réalisé dans le plan de la fissure, est particulièrement délicat. La difficulté est double du fait de la présence de l'entaille ainsi que du fait que la surface de l'entaille n'est pas plane.

La Figure 5-7 a) présente la géométrie de l'échantillon lors des observations MEB sur coupe métallographique. Pour permettre le prélèvement au FIB, les parois de l'entaille en U ont d'abord été abrasées par polissage mécanique, de façon à ce qu'il reste uniquement le fond du U comme présenté sur la Figure 5-7 b). La lame est prélevée parallèlement à la face A. La surface de prélèvement est alors observée au MEB (Figure 5-8).

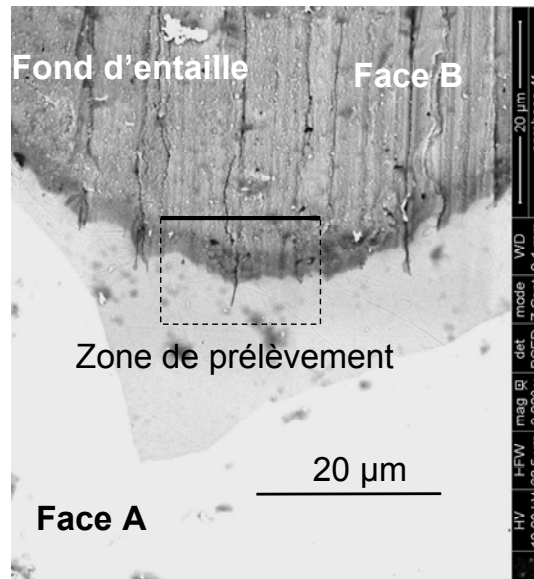


a) Etape 1 : Choix de la zone de prélèvement

b) Etape 2 : Descente par polissage pour permettre le prélèvement de la zone d'intérêt au FIB

Figure 5-7 : Représentation schématique de la préparation de l'entaille avant prélèvement FIB

- a) Etat de l'enrobage lors de la sélection de la fissure à observer en MET (Figure 5-6)  
 b) Deuxième étape de polissage pour permettre le prélèvement dans le plan de la fissure repérée. Les deux profils de l'entaille ne sont pas représentés à la même échelle.



**Figure 5-8 : Observation MEB de la surface de prélèvement**

Le procédé de prélèvement de la lame mince au FIB est réalisé en trois étapes :

- une étape de consolidation de la lame,
- une étape d'usinage au cours de laquelle l'amincissement est réalisé,
- une étape d'extraction de la lame qui permet sa manipulation et son observation au MET.

La lame est consolidée par un dépôt de tungstène puis est découpée par faisceaux d'ions. L'usinage ionique est d'abord réalisé à haute tension. Deux tranchées sont creusées de part et d'autre de la zone à prélever. Les dimensions des tranchées sont d'une dizaine de micromètres en largeur comme en profondeur. Au fur et à mesure de la progression de l'usinage, les deux tranchées se rapprochent l'une de l'autre : la lamelle entre les deux tranchées et comprenant la zone d'intérêt est ainsi amincie. Puis la méthode d'extraction interne a été utilisée : la lame est soudée sur un peigne en cuivre à l'intérieur du FIB au moyen d'un micromanipulateur. L'amincissement final est alors réalisé à faible tension pour éliminer la couche amorphe formée à haute tension. La lame peut ensuite être extraite du MEB et être observée au MET.

A l'état final, la lame comporte la fissure dans sa partie la plus fine. La surface de la lame ayant été dégradée au cours de l'amincissement, la longueur de la fissure mesurée sur une image MEB est désormais égale à 2,8 μm. Le contraste plus clair observé en pointe de fissure (Figure 5-9) peut être interprété de plusieurs façons. Il pourrait s'agir d'une zone oxydée en avant de la pointe de fissure. Cela peut également provenir de la faible ouverture de la fissure près de la pointe ou encore d'une épaisseur plus fine de la lame. A ce stade, il n'est pas encore possible de trancher. Un deuxième défaut, de profondeur plus courte, est observé sur la lame. Il pourrait s'agir d'une pénétration d'oxyde ou d'une deuxième fissure.

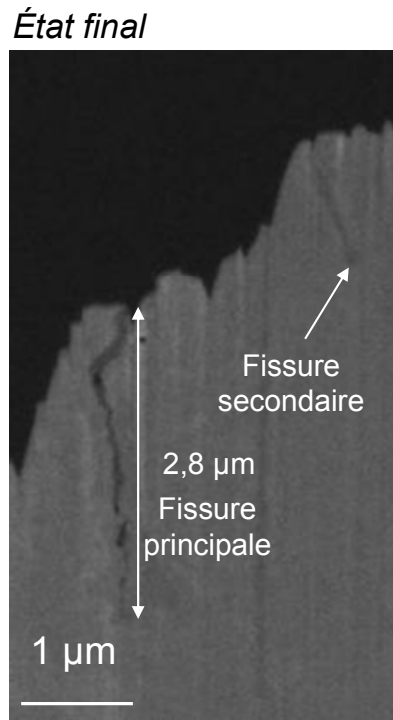


Figure 5-9 : Observation MEB de la lame après amincissement final

### 5.2.3.2. Morphologie de la fissure et de la couche d'oxyde

Tout d'abord, la fissure principale repérée sur la lame mince (Figure 5-9) est imagée en MET et sa profondeur est mesurée. On se rappellera que la surface du fond d'entaille a été perdue lors de la préparation de la lame et que la profondeur mesurée est indicative.

La profondeur jusqu'à la pointe de fissure, mesurée sur une image en fond clair (Figure 5-10), est égale à 3,6 µm. On constate que la profondeur mesurée au MET est supérieure à celle mesurée sur coupe au MEB malgré la détérioration de la fissure pendant la préparation de la lame. Deux hypothèses plausibles peuvent expliquer cette différence de profondeur. Les profondeurs mesurées au MEB pourraient être sous-estimées, la mesure est entachée d'erreur du fait de la difficulté à situer avec précision la pointe de la fissure. Il est également possible que, suite à l'amincissement, on ne regarde plus la fissure dans le même plan. Dans cette hypothèse, la fissure serait plus longue dans le plan observé au MET que dans le plan observé au MEB.

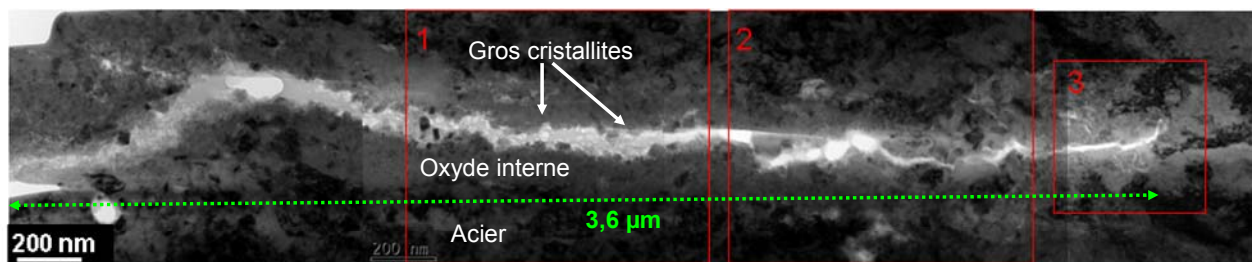
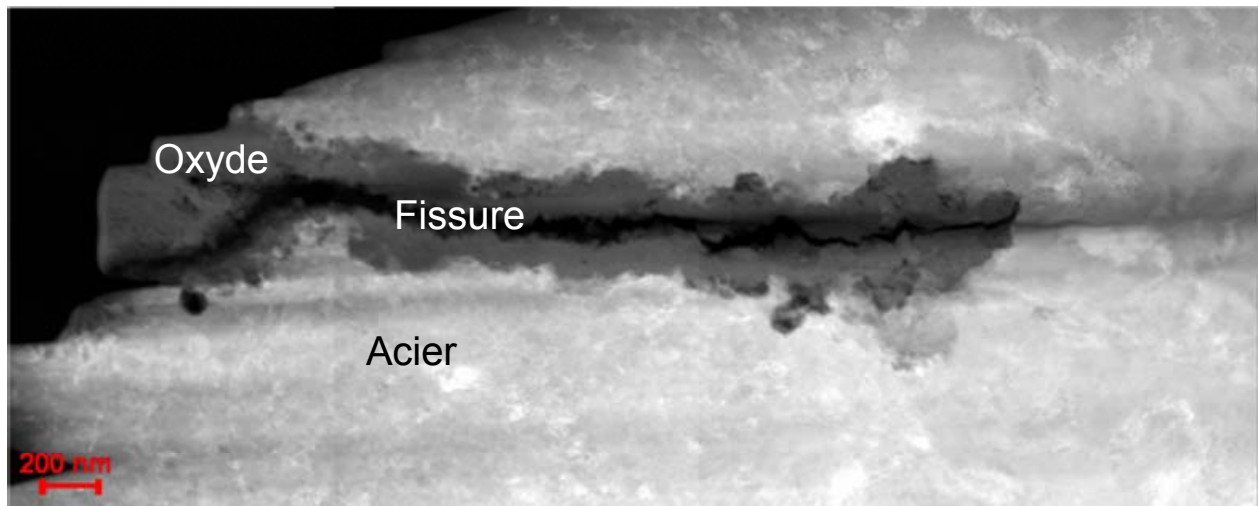


Figure 5-10 : Observation de la fissure principale en fond clair (contraste de diffraction). Les encarts 1 à 3 indiquent les zones pour lesquelles une analyse fine de la composition chimique a été réalisée.





**Figure 5-11 : Observation de la fissure principale en mode STEM-HAADF (contraste chimique)**

En MET conventionnel, on accède à un contraste de diffraction. Le mode STEM-HAADF donne, pour sa part, un contraste chimique (contraste en Z) : plus le numéro atomique (Z) est faible, plus le contraste est sombre. Trois contrastes différents sont observés: le métal apparaît en blanc, les lèvres oxydées de la fissure apparaissent en gris. Le contraste sombre au milieu de la zone oxydée révèle une ouverture. On vérifie tout d'abord que la fissure est oxydée sur toute sa longueur (Figure 5-11).

Sur la Figure 5-10, on observe que l'oxyde est constitué de deux couches :

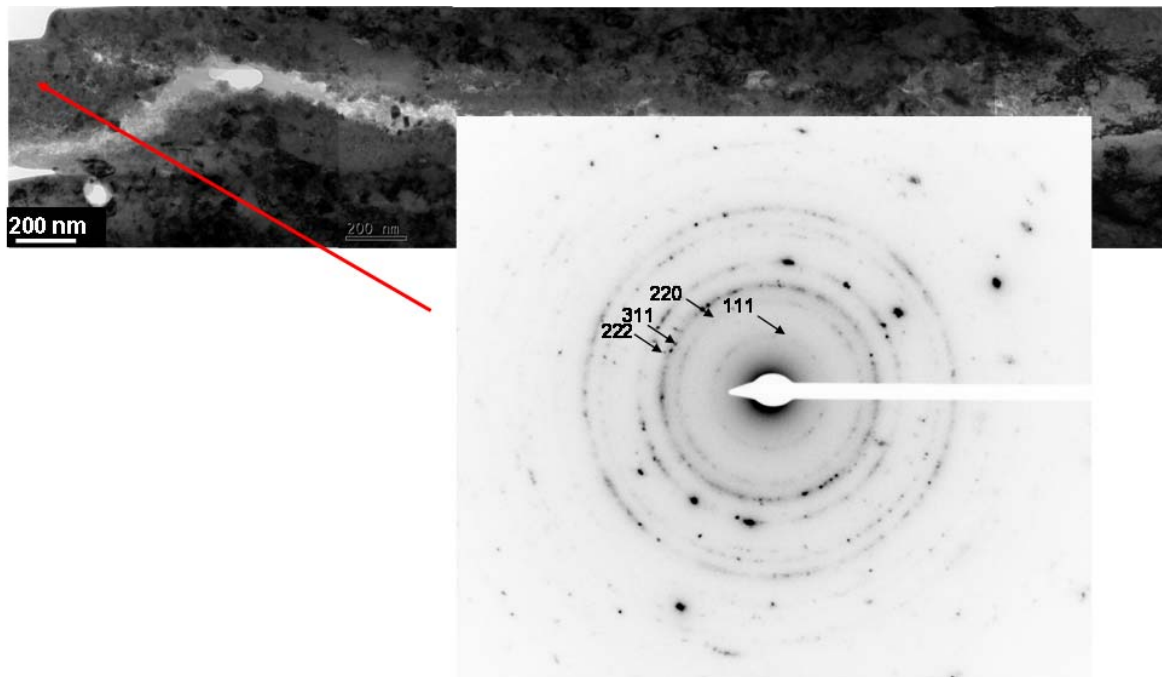
- une couche interne continue,
- une couche externe discontinue composée de gros cristallites qui peuvent localement combler la fissure.

Le mode STEM-HAADF est plus adapté pour mesurer l'épaisseur de la couche d'oxyde. On observe une épaisse couche d'oxyde sur les lèvres de la fissure : jusqu'à 130 nm d'épaisseur de part et d'autre de la fissure. Près de la surface, l'épaisseur de la couche d'oxyde atteint même 300 nm. L'épaisseur d'oxyde, sans être régulière, est équivalente de part et d'autre de la fissure. On note qu'on n'observe pas d'oxyde en avant de la pointe de fissure.

### 5.2.3.3. Structure cristalline

Le cliché de diffraction (Figure 5-12) correspond à la zone près du bord de la lame dans la zone où l'oxyde est le plus large (environ 300 nm d'épaisseur). Le diagramme de diffraction a une structure en anneaux, caractéristique d'une structure à grains fins. Les distances interréticulaires sont caractéristiques d'une structure spinelle.

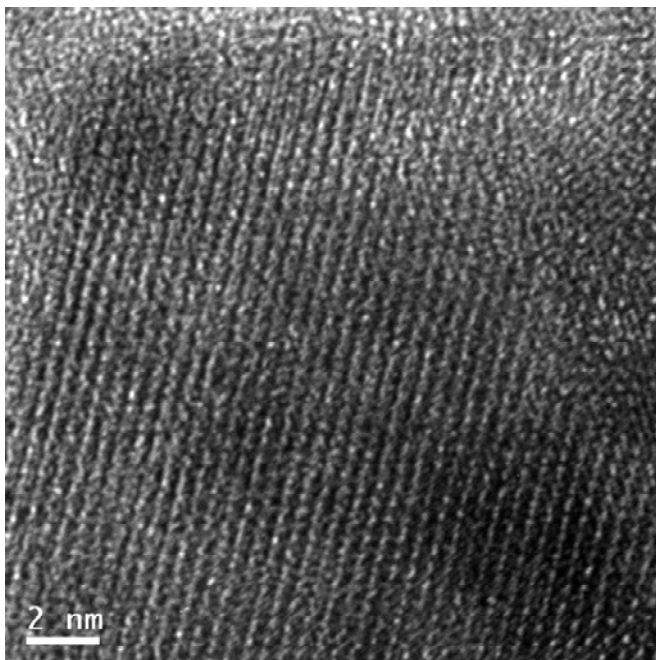
Afin de compléter ce résultat, des analyses en MET haute résolution ont été menées dans différentes zones de la couche d'oxyde. L'imagerie haute résolution associée à des analyses de transformées de Fourier permet en effet de caractériser la structure cristallographique des différentes phases.



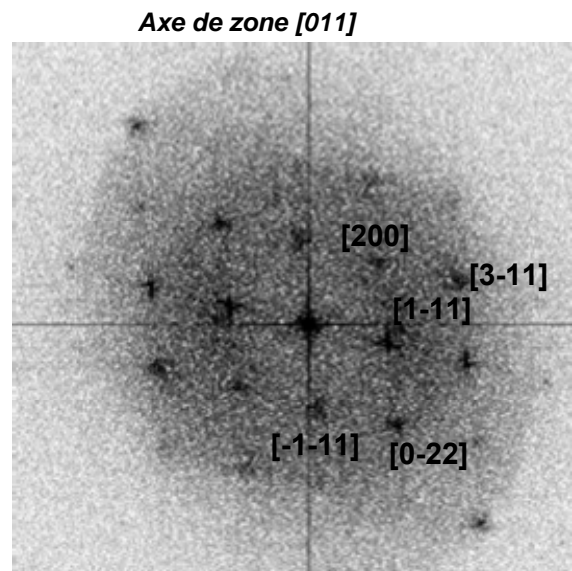
**Figure 5-12 : Cliché de diffraction de la couche d'oxyde à proximité de la surface du fond d'entaille**

La Figure 5-13 a) montre l'image haute résolution d'un gros cristallite de la couche externe de l'oxyde. La transformée de Fourier associée est présentée Figure 5-13 b). Elle est caractéristique d'une structure spinelle en axe de zone  $[011]$ .

**a) Image haute résolution d'un gros cristallite externe**



**b) Transformée de Fourier associée**



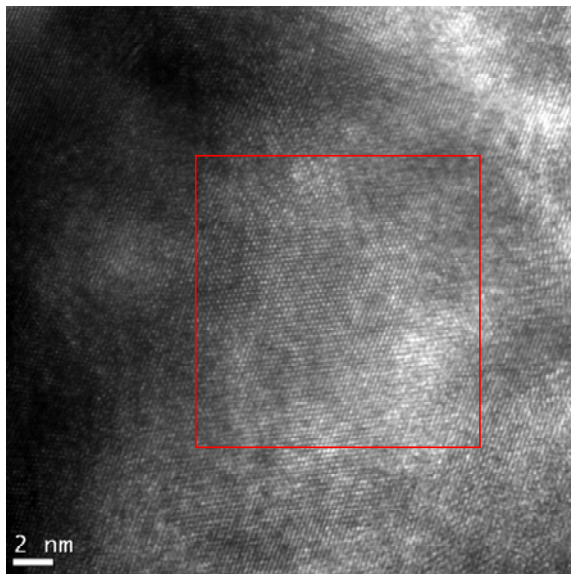
**Structure spinelle**

**Figure 5-13 : Structure cristalline de type spinelle d'un gros cristallite dans la couche externe de l'oxyde**

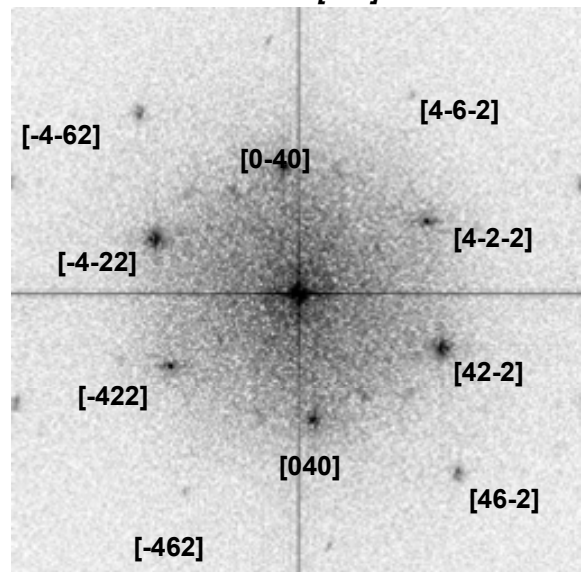
La Figure 5-14 a) montre une image haute résolution de la couche interne de l'oxyde, étudiée sur les lèvres de la fissure. La transformée de Fourier associée est présentée sur la Figure 5-14 b). Elle est caractéristique d'une structure spinelle en axe de zone  $[102]$ . La structure cristalline est donc identique dans les couches interne et externe de l'oxyde sur les lèvres de la fissure.



a) Image haute résolution dans la couche d'oxyde interne



b) Transformée de Fourier associée  
Axe de zone [102]

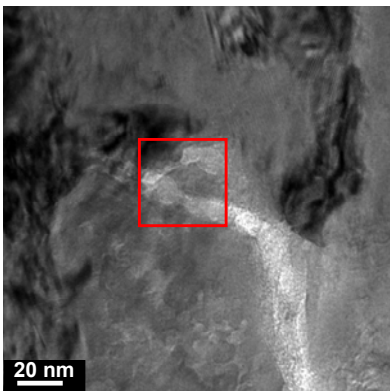


Structure spinelle

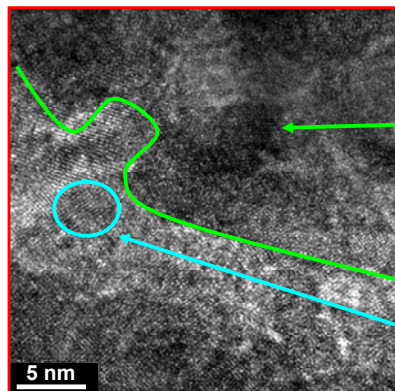
Figure 5-14 : Structure cristalline de type spinelle de la couche interne de l'oxyde

Les images haute résolution et les transformées de Fourier (Figure 5-15) indiquent, qu'en pointe de fissure, l'oxyde a également une structure spinelle. A proximité de la fissure, on retrouve la structure cubique à faces centrées de l'acier.

a) Image MET  
de la pointe de fissure

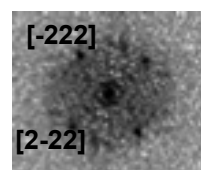
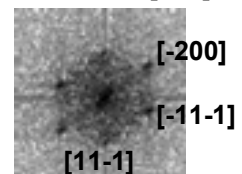


b) Image haute résolution  
de la pointe de fissure



c) Transformées de Fourier  
associée

acier  
Axe de zone [011]



structure spinelle

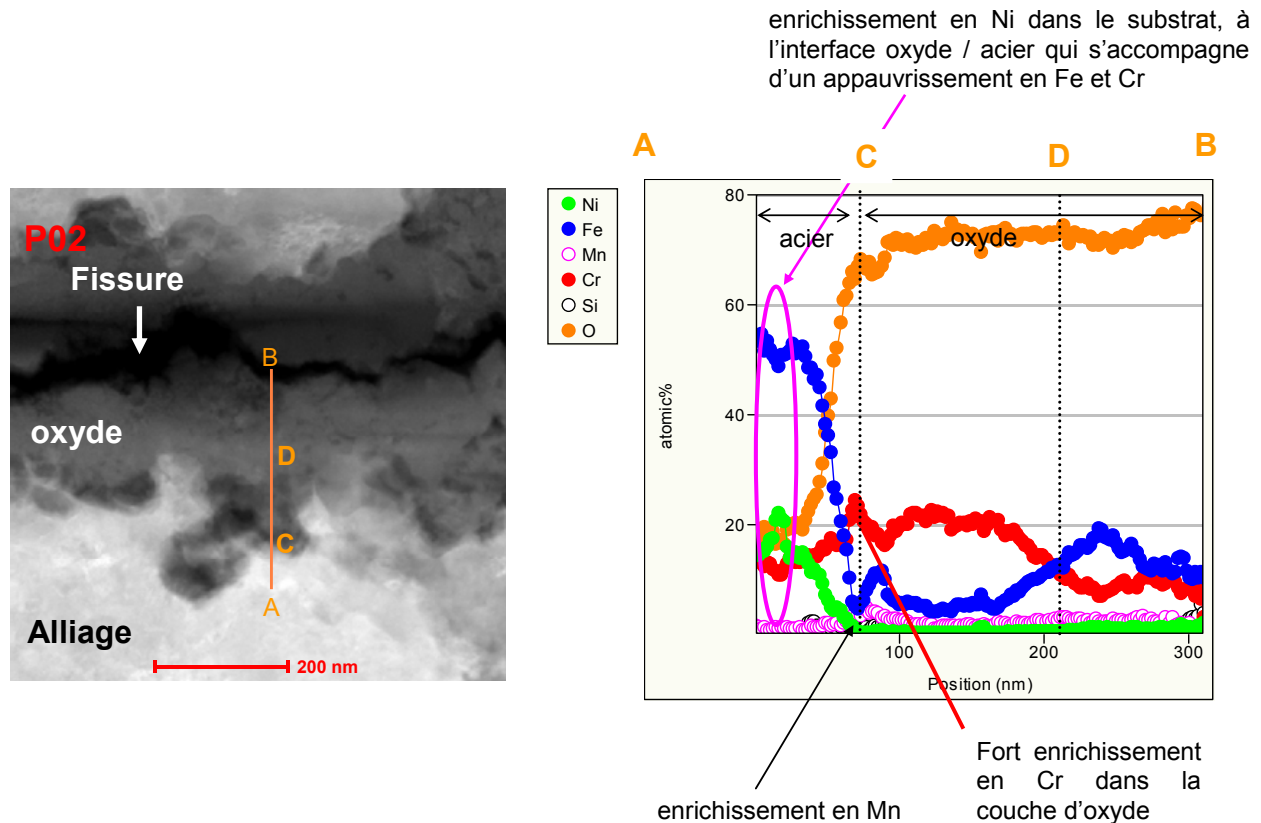
Figure 5-15 : Images haute résolution et transformées de Fourier associées en pointe de fissure

#### 5.2.3.4. Chimie de la couche d'oxyde

Des analyses en STEM-EDS ont été réalisées afin de déterminer la composition chimique des oxydes de type spinelle identifiés par haute résolution.

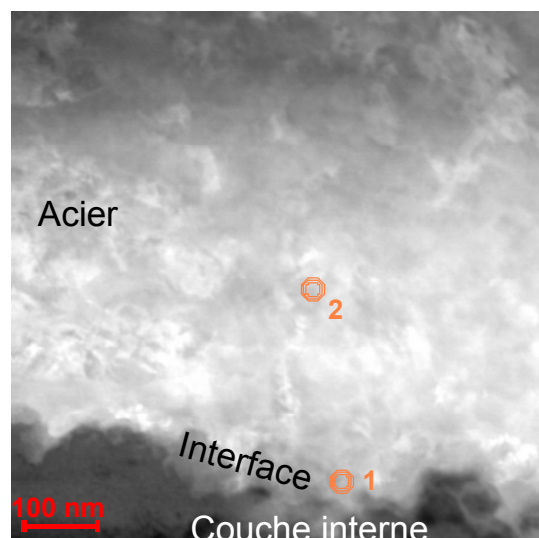
Sur le profil traversant la couche d'oxyde sur les lèvres de la fissure (voir repère P02, Figure 5-16) on observe d'abord que la composition de la couche externe est caractéristique d'un oxyde de fer. Puis l'oxyde s'enrichit progressivement en Cr et les teneurs en Fe et en Cr s'inversent. La composition de la couche interne fluctue au sein de la couche sur une distance d'environ 170 nm. Sur les 100 derniers nanomètres, la teneur en Cr avoisine les 20 % atomique pour une teneur en Fe d'environ 5% atomique. Puis, une zone d'environ 30 nm d'épaisseur, enrichie en Mn et en Cr mais appauvrie en Fe,

est observée dans l'oxyde à proximité de l'interface substrat / oxyde. Enfin, un léger enrichissement en Ni dans l'acier à proximité de l'interface substrat / oxyde est observé. Cet enrichissement en Ni s'accompagne d'un appauvrissement en Fe et en Cr.



**Figure 5-16 : Profil d'analyses EDS dans la couche d'oxyde formée sur les lèvres de la fissure pour les éléments O, Fe, Ni, Cr, Mn, et Si**

L'enrichissement en Ni dans le substrat, à proximité de l'interface acier / oxyde, est vérifié par deux pointés EDX : un pointé dans l'acier à proximité de l'interface métal / oxyde ainsi qu'un pointé dans l'acier de base. Les positions des pointés 1 et 2 sont localisées sur la Figure 5-17 ci-dessous. Les résultats des analyses EDX sont donnés ci-dessous dans le Tableau 5-3. Pour permettre la comparaison des teneurs en Fe, Ni et Cr, les fractions relatives sont normalisées par la teneur totale en Fe, Ni et Cr (% at).



**Figure 5-17 : Positions des pointés 1 (acier à proximité de l'interface métal / oxyde) et 2 (acier)**

**Tableau 5-3 : Evolution des fractions atomiques relatives en Fe, Ni et Cr de l'acier à proximité de l'interface métal / oxyde**

Valeurs théoriques		Zone 2 Pointé 1		Zone 2 Pointé 2	
Fe/(Fe+Ni+Cr)	70,54	Fe/(Fe+Ni+Cr)	50,78	Fe/(Fe+Ni+Cr)	76,05
Cr/(Fe+Ni+Cr)	19,75	Cr/(Fe+Ni+Cr)	10,16	Cr/(Fe+Ni+Cr)	17,24
Ni/(Fe+Ni+Cr)	9,71	Ni/(Fe+Ni+Cr)	39,06	Ni/(Fe+Ni+Cr)	6,72

Les teneurs relatives en Fe, Ni et Cr sont proches des valeurs nominales pour le pointé 2 (dans l'acier). Par contre à l'interface métal / oxyde, on observe un enrichissement en Ni, accompagnée d'un appauvrissement en Fe et en Cr de l'ordre de 40%.

Au total trois zones ont été caractérisées par cartographie en mode EFTEM (cartographies en imagerie filtrée) complétées par des profils semi-quantitatifs de composition en mode STEM-HAADF+EDX. Ces zones sont repérées sur la Figure 5-10 ci-dessus par les encarts 1 à 3. Sur la Figure 5-18, l'image du haut correspond à la fissure principale imagée en fond clair. Les cartographies de l'oxygène et du nickel d'une part, du chrome, du fer et du nickel d'autre part ont été superposées (images du bas). Elles confirment l'existence d'une zone enrichie en nickel dans l'acier à l'interface métal / oxyde ainsi que la structure duplex de la couche d'oxyde avec une couche externe riche en fer et une couche interne riche en Fe et Cr.

En couplant les techniques EDX, EFTEM et les analyses en imagerie haute résolution, il est possible d'identifier les oxydes. La couche externe est composée de gros cristallites monocristallins de type spinelle. Les profils EDX ont montré que ces cristallites sont constituées d'un oxyde de Fe, comme le confirment les cartographies EFTEM (Figure 5-18). La nature de l'oxyde dans la couche externe est de type  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Les profils EDX ont mis en évidence un gradient de concentration dans la couche interne à grains fins, probablement d'un grain à l'autre. La couche interne est plus riche en Fe à l'interface couche interne / couche externe et est plus riche en Cr à l'interface couche interne / acier. Un enrichissement en Mn est également observé aux interfaces métal / oxyde interne et oxyde interne / oxyde externe. L'oxyde de la couche interne est donc de type  $(\text{Fe,Mn})_x(\text{Fe,Cr})_{2-x}\text{O}_4$ .

Un enrichissement en Ni de l'acier est observé localement près de l'interface métal / oxyde. Il s'accompagne d'un appauvrissement en Cr et en Fe.

A l'interface métal / oxyde interne, la présence de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  n'a pas été détectée par haute résolution dans cette étude. Sa présence n'est toutefois pas à exclure. En effet, sa présence est envisageable d'après certains profils EDX qui présentent un fort enrichissement en Cr dans la couche interne près de l'interface métal / oxyde interne. Si cette hypothèse était avérée, il s'agirait alors probablement de nodules très petits et dispersés.

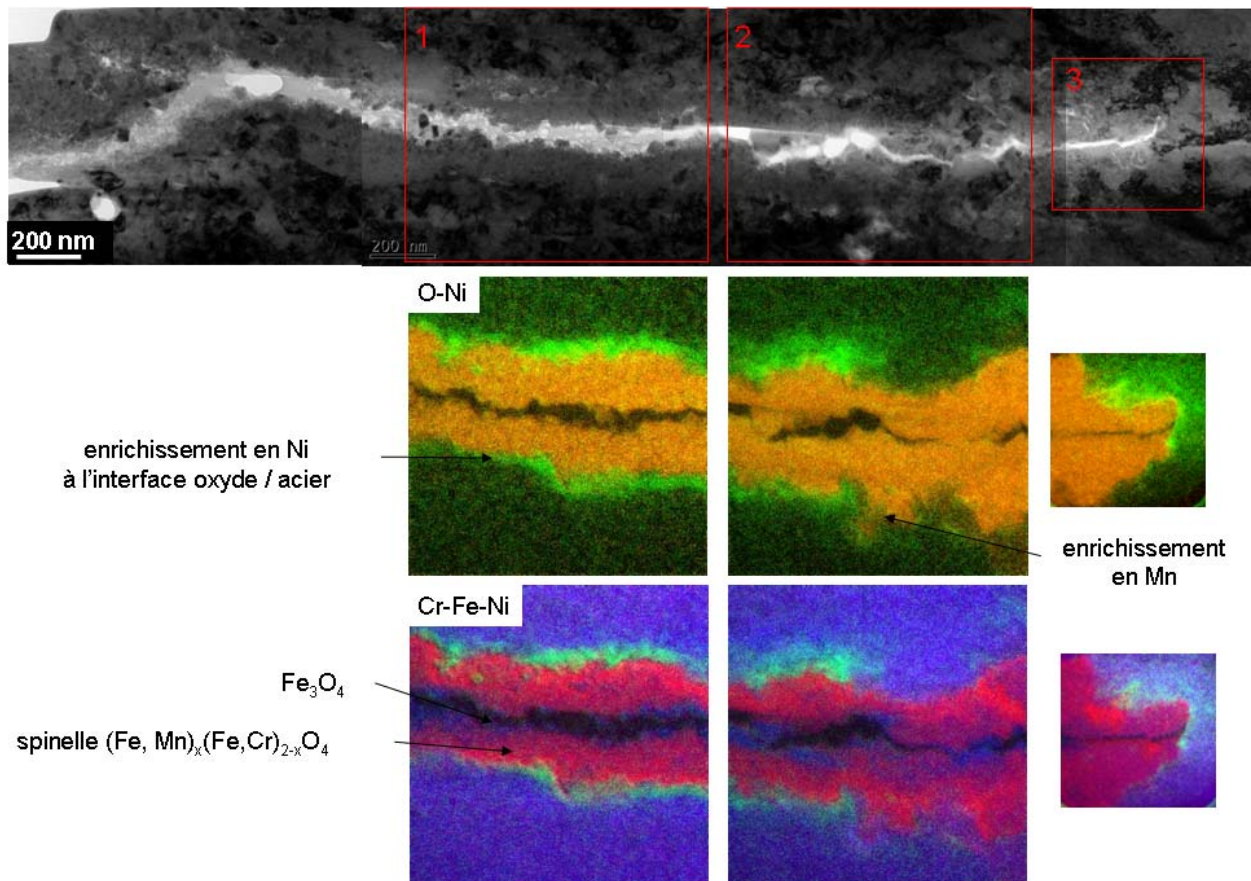


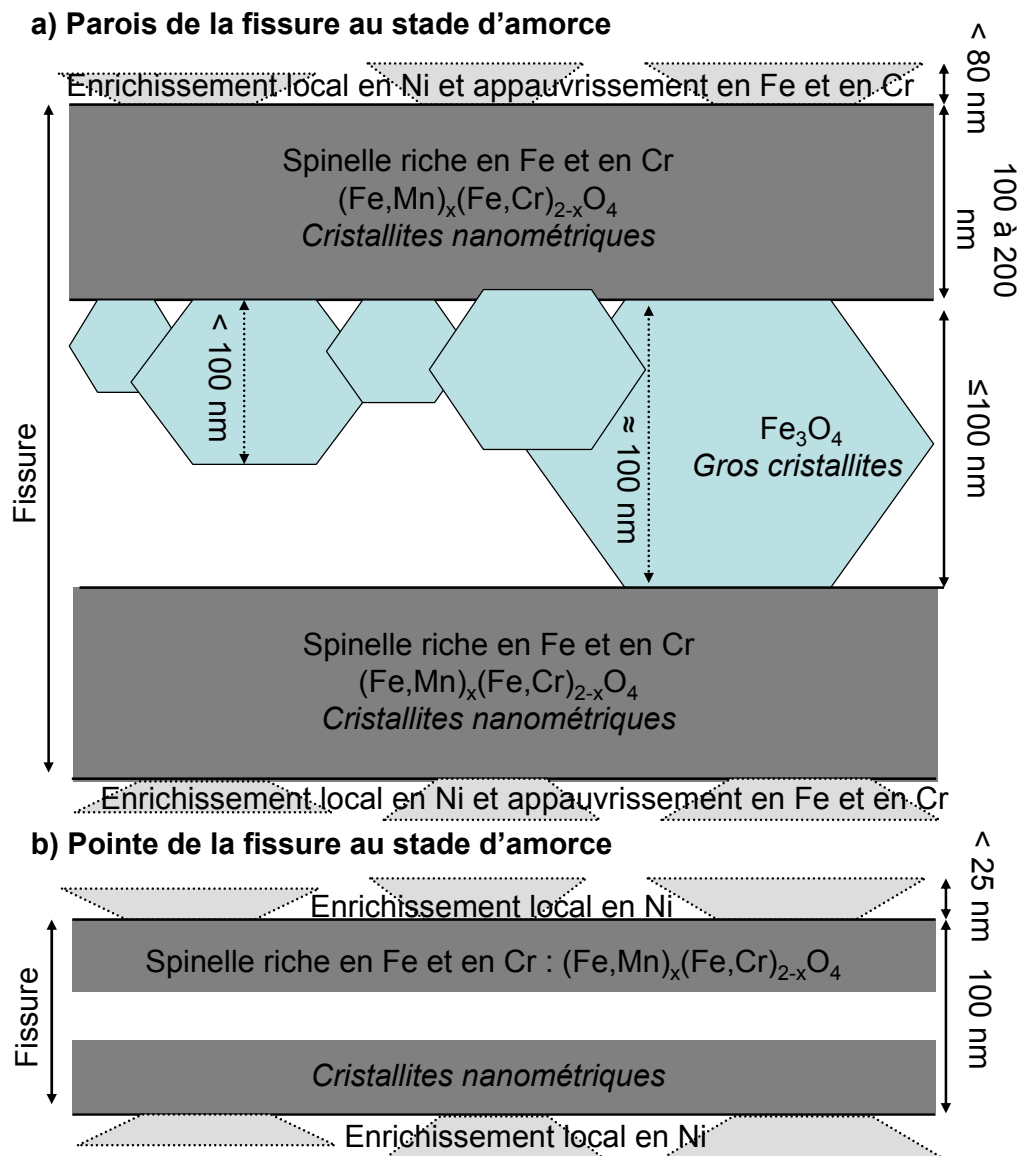
Figure 5-18 : Bilan de la nature des couches d'oxyde dans la fissure

### 5.2.3.5. Conclusion

Sur la Figure 5-19, la nature et la répartition des oxydes sur les lèvres et en pointe de la fissures sont synthétisées. On rappelle les principaux résultats.

- Un oxyde bicouche a été caractérisé sur les parois de la fissure. La couche interne est composée d'une spinelle de type  $(\text{Fe,Mn})_x(\text{Fe,Cr})_{2-x}\text{O}_4$ . Un enrichissement en Cr est observé dans l'oxyde près de l'interface avec l'acier. Les rapports de teneurs en Fe et en Cr varient dans l'épaisseur de l'oxyde interne qui s'enrichit en Fe en s'éloignant de l'interface avec l'acier. L'oxyde externe est  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . L'oxyde externe n'est pas présent en pointe de fissure, il se forme vraisemblablement après fissuration, éventuellement par redéposition du Fe provenant de l'autoclave. Ces structures sont conformes à celles obtenues dans le cadre des études de la CSC des aciers inoxydables de type 304L et 316L rapportées dans la littérature (Herms 2011b), (Couvant 2008).

- Un enrichissement en Ni est observé dans l'acier à l'interface oxyde / acier. La zone enrichie en Ni est observée en pointe de fissure et le long des parois de la fissure, mais n'est pas continue, en particulier à proximité de la pointe de fissure. Cet enrichissement local en Ni est conforme à ce qui a été observé sur l'acier 316 L B (Rousseau 2011).



**Figure 5-19 : Schéma de répartition des couches d'oxyde sur les lèvres de la fissure (a) et en pointe de fissure (b)**

Après avoir caractérisé la nature des amorces observées, la suite de ce chapitre va porter sur la présentation des résultats d'amorçage obtenus lors de la campagne expérimentale. On s'attachera à mettre en évidence l'effet des différents paramètres étudiés (pré-déformation, procédé d'érouissage, trajet de chargement, niveau de contrainte, durée des essais, nature des matériaux ainsi que l'influence des états de surface).



### 5.3. Matériaux écrouis par traction : 304L / 316L A

#### 5.3.1. Choix du couple niveau de contrainte / durée d'essai

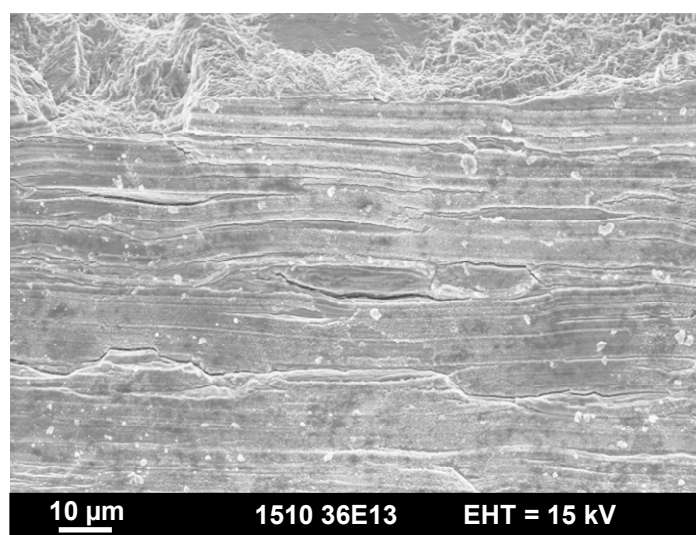
Le choix des niveaux de contrainte atteints en fond d'entaille lors des essais de CSC repose sur les quelques résultats des études préliminaires sur l'amorçage existants dans la littérature. Le Tableau 5-4 récapitule les données d'amorçage sous chargement trapèze disponibles pour les aciers 304L et 316L B. A notre connaissance, aucun essai antérieur n'a été réalisé sur l'acier 316L A sous chargement trapèze.

**Tableau 5-4 : Résultats d'amorçage disponibles dans la littérature. Epreuves entaillées soumises à un chargement trapèze**

		Chargement	Epreuves	Pré-déformation	$\alpha$	$R'p_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$	Taux de triaxialité max	durée (h)	Morphologie de la fissuration	Profondeur moyenne du front ( $\mu m$ )
(Tribouilloy 2007a)	304L	Trapèze ( $R = 0,8$ , $T_m = 3420$ s, $f = 2,9 \cdot 10^{-4}$ Hz)	CT entaillées	T(36%)	$90^\circ$	496 à 360°C	1100 1300 1700	2,2 2,6 3,4	- - 2,30	1917 1917 2000	- - intragranulaire	- - 5
(Herms 2009b)	316L B	Trapèze ( $R = 0,8$ , $T_m = 3500$ s, $f = 2 \cdot 10^{-4}$ Hz)	axisymétriques entaillées	L(40%)	$90^\circ$	709 à 340°C	1460	2,05	1,27	2450	intragranulaire	25-30

Des essais préliminaires d'amorçage de la CSC pour l'acier 304L pré-déformé par traction à 36% puis soumis à un chargement trapèze ( $R = 0,8$ ,  $T_m = 57$  min,  $f = 2,9 \cdot 10^{-4}$  Hz) en milieu primaire à 360°C ont été réalisés par Tribouilloy-Buisse (Tribouilloy 2007a) pour des contraintes maximales en fond d'entaille respectivement de 1100, 1300 et 1700 MPa (soit des valeurs de  $\sigma_{max}/R'p_{0.2,360^\circ C}$  égales à 2,2, 2,6 et 3,4). Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes CT entaillées et non pré-fissurées. Les valeurs de  $\sigma_{max}$  ont été calculées par éléments finis avec le code ASTER sans critère de rupture, par extrapolation linéaire d'une courbe de traction.

En dépit des niveaux de contrainte particulièrement sévères, seules des fissures intragranulaires de longueur inférieure à 5  $\mu m$  ont été observées en 2000 h, pour le niveau de contrainte le plus élevé, à savoir 1700 MPa soit une valeur de  $K_{max}$  apparent de 50 MPa. $\sqrt{m}$  en assimilant l'entaille à une fissure (Figure 5-20).



**Figure 5-20 : Amorce intragranulaire sur une demi-épreuve CT ouverte par fatigue : acier 304L pré-déformé par traction T(36%),  $90^\circ$ ,  $K_{apparent} = 50$  MPa. $\sqrt{m}$ , 2000 h (Tribouilloy 2007a)**

Toutefois les essais d'amorçage réalisés au CEA sur l'acier 316L B laminé L(40%), pré-déformé de 60% en déformation généralisée, ont prouvé qu'un amorçage significatif intragranulaire pouvait être obtenu sur ce matériau en moins de 3000 h sous un chargement trapèze ( $R = 0,85$ ,  $f = 2 \cdot 10^{-4}$  Hz) (cf Chapitre 2). La contrainte maximale en fond d'entaille est de 1460 MPa, ce qui correspond à un chargement relatif modéré  $\sigma_{max}/R'p_{0.2,340^\circ C} = 2,06$ . Les conditions de pré-déformation imposées sembleraient donc plus sévères que celles testées par Tribouilloy. En effet, Herms (Herms 2009b) rapporte que pour l'acier 316L B l'accumulation des dislocations pendant le laminage conduit à

l'apparition de bandes de glissement persistantes, sources de fortes hétérogénéités au sein du matériau. La faible sensibilité à la CSC rapportée par Tribouilloy pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(36%), pourrait donc s'expliquer par un effet matériau et / ou un effet de la pré-déformation sur la sensibilité à la CSC.

Les études disponibles (Tribouilloy 2007a), (Herms 2011b) sur l'amorçage de la CSC dans les aciers inoxydables austénitiques soumis à un chargement trapèze rapportent un amorçage intragranulaire, en dépit d'un trajet de chargement complexe. Toutefois, Herms observe un changement de la morphologie de la fissuration lors de la transition du stade de propagation lente vers l'étape de propagation rapide. Des fissures, initialement intragranulaires et qui deviennent intergranulaires au cours de leur propagation, sont donc observées, ce qui est cohérent avec le retour d'expérience d'EDF (Couvant 2004b).

On appellera chargement relatif le rapport entre la contrainte maximale calculée en fond d'entaille et la limite d'écoulement à la température de l'essai ( $R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$ ) qui intègre l'historique du trajet de chargement. Sur la base des résultats précédemment obtenus par EDF et par le CEA, une valeur relativement modérée du chargement a été visée ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,06$ ) pour une durée d'essai de 3000 h à  $360^{\circ}\text{C}$ . La première série d'essais a été réalisée pour deux matériaux (304L, 316L A) à trois niveaux de pré-déformation par traction (11%, 26%, 36%) et deux chemins de déformation ( $90^{\circ}$  ou  $45^{\circ}$ ). Pour travailler à chargement équivalent, la valeur du rapport  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  est comprise dans la gamme [1,95 : 2,4]. Une deuxième série d'essais a été mise en place pour des valeurs plus élevées du chargement relatif et des durées d'essais visées plus longues.

### 5.3.2. Essais sur matériaux pré-déformés par traction

#### 5.3.2.1. Paramètres testés

Le Tableau 5-5 présente les paramètres testés pour deux aciers, l'acier 304L et l'acier 316L A pré-déformés par traction.

**Tableau 5-5 : Matrice des essais pour les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction**

Pré-déformation	T(36%)	T(36%)	T(26%)	T(26%)	T(11%)	T(11%)
Angle de prélèvement $\alpha$	$90^{\circ}$	$45^{\circ}$	$90^{\circ}$	$90^{\circ}$	$90^{\circ}$	$90^{\circ}$
304L	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$	2,15 et 2,4	1,95 et 2,2	2,05 et 2,3	2,25 et 2,5	1,90 et 2,15
	Eprouvettes	1510TE2	1510TOE1 et 2	1510TE6 et 26	1510TE7 et 25	1510TE18 et 19
316L A	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$	2,1 et 2,3	2,05 et 2,2	1,95 et 2,2	2,15 et 2,4	1,95 et 2,1
	Eprouvettes	1510TT1 et 2	1510TOT1	1510TT6	1510TT7 et 25	1510TT18 et 19
durée d'essai (h)	2300	2950	3075	5000	3000	3300

Pour chacune des éprouvettes testées, trois entailles en forme de U ont été usinées par électro-érosion. Les entailles A et B sont de géométrie identique ( $\rho = 0,5$  mm et  $r_0 = 0,1$  mm). L'entaille centrale C a la même profondeur mais un rayon en fond d'entaille plus petit que les entailles A et B ( $\rho = 0,5$  mm et  $r_0 = 0,055$  mm). Après usinage, un fil diamanté a été passé en fond d'entaille jusqu'à obtenir un état de surface jugé satisfaisant c'est-à-dire sans couche d'oxyde superficielle laissée par le procédé d'usinage. Ce contrôle est effectué au MEB avant la mise en place de l'essai de CSC.

Les deux valeurs du rapport  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  présentées dans le Tableau 5-5 correspondent aux valeurs respectives atteintes en fond des entailles symétriques A ou B et de l'entaille centrale C. Pour l'éprouvette 1617T11T1 (316L A, T(11%),  $90^{\circ}$ ), seule une entaille de type C a été usinée et de ce fait un seul niveau de chargement relatif a été testé. L'angle de prélèvement  $\alpha$  des éprouvettes dans le barreau pré-déformé correspond à l'angle entre les deux directions de déformation successives. La matrice d'essais présentée ci-dessus vise à déterminer les conditions d'amorçage pour les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés par traction et à distinguer les effets :

- du trajet de chargement,
- du chargement mécanique relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$ ,
- de la durée d'essai,
- du niveau de la pré-déformation,
- du matériau (EDE, composition chimique, taille de grains).

A ces fins, des essais parallèles ont été réalisés sur les deux aciers 316L A et 304L pour la même durée, le même trajet de chargement et, à peu de chose près, sous le même chargement mécanique relatif. Un essai complémentaire a été réalisé uniquement sur l'acier 316L A T(11%),  $90^{\circ}$  pour affiner les effets couplés du temps et de l'état de contrainte. Ces essais visent à répondre à deux questions :



les conditions d'écrouissage et de sollicitation mécanique choisies permettent-elles d'amorcer des fissures de CSC pendant la durée de l'essai? Si l'amorçage est avéré, quelle est la densité de fissures? Quelles est leur longueur? Leur profondeur? La réponse à ces questions nécessite un traitement semi-statistique des données pour évaluer et quantifier l'effet de la pré-déformation et de l'état de contrainte appliqué.

Le détail des résultats entaille par entaille est présenté en annexe A-4. La sensibilité à l'amorçage est évaluée à partir des observations d'amorces et de pénétrations d'oxyde en microscopie électronique à balayage. La densité de défauts ainsi que les profondeurs moyennes et maximales sont des paramètres qui permettent de quantifier la sensibilité à l'amorçage. Dans cette partie, seules les amorces proprement dites sont prises en compte dans le calcul de la densité linéique et de la profondeur moyenne. Nous vérifierons ultérieurement l'effet de la prise en compte des pénétrations d'oxyde sur les résultats d'amorçage. De même, le critère global, tel que défini dans le chapitre 4 (Chapitre 4, Paragraphe 4.2), sera utilisé ultérieurement pour combiner les deux aspects de l'amorçage que sont la densité de défauts et la profondeur de ces défauts.

L'ensemble des résultats obtenus par condition d'essais est synthétisé dans le Tableau 5-6. Ces derniers sont ensuite discutés au cours des paragraphes suivants. Le dépouillement des résultats, intégrant également les pénétrations d'oxyde non fissurées, est présenté dans le Tableau 5-7.

**Tableau 5-6 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction - Dépouillement intégrant uniquement les amorces**

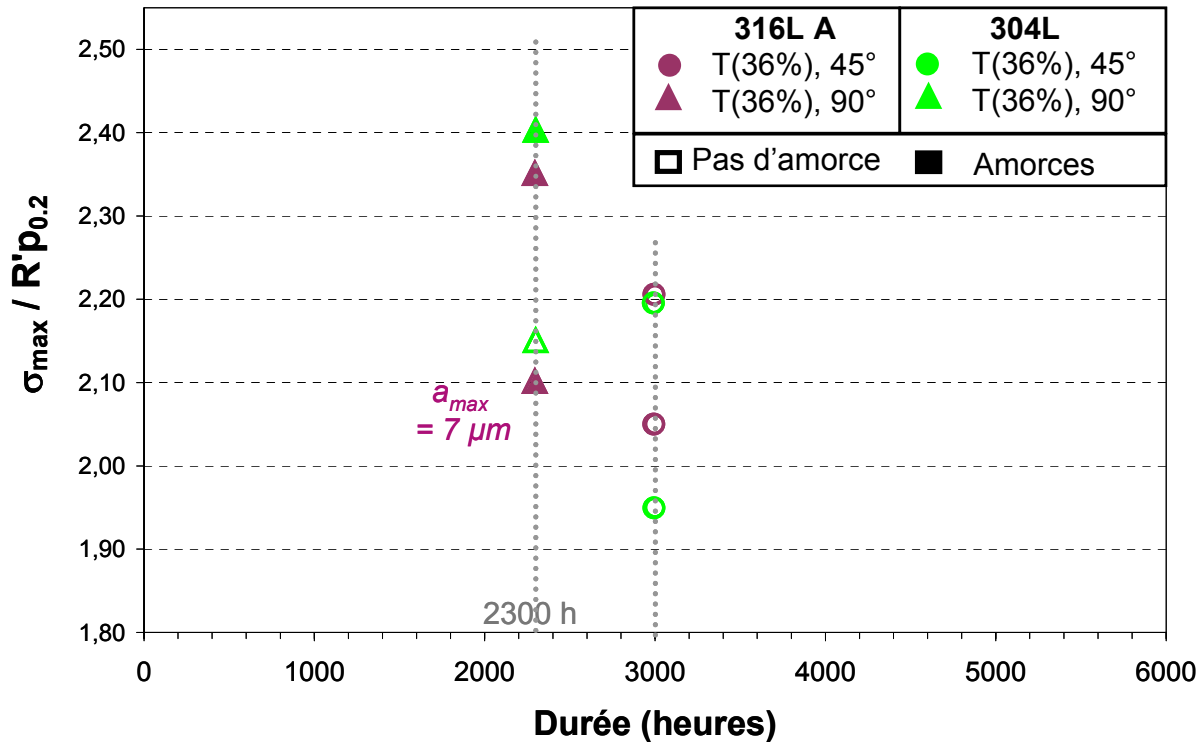
Amorces																
Eprouvettes	Acier	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre de fissures	$a_{max}$ (μm)	Densité moyenne (μm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures (μm)	Critère global
1510TT1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	2300	A et B	1010	2,10	Amorçage	8	1	7	0,0004	7	0,003
							C	1115	2,35		10	4	2	0,0023	2	0,016
1510TE1	304L	T(36%)	0,31	90°	496		A et B	1060	2,15	Pas de CSC	8	0	0	0	0	0
							C	1180	2,40		4	2	3	0,0029	3	0,017
1510T0T1	316L A	T(36%)	0,31	45°	561	2950	A et B	1140	2,05	Pas de CSC	4	0	0	0	0	0
							C	1230	2,20		4	0	0	0	0	0
1510T0E1-2	304L	T(36%)	0,31	45°	611		A et B	1205	1,95	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0
							C	1340	2,20		8	0	0	0	0	0
1510TT6	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	3075	A et B	880	1,95	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0
							C	985	2,20		8	0	0	0	0	0
1510TE6-26	304L	T(26%)	0,23	90°	459		A et B	930	2,05	Amorçage	16	5	4	0,0010	3	0,016
							C	1060	2,30		8	0	0	0	0	0
1510TT7-25	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	5000	A et B	970	2,15	Amorçage	12	13	7	0,0034	3	0,131
							C	1080	2,40		6	6	5	0,0058	3	0,117
1510TE7-25	304L	T(26%)	0,23	90°	459		A et B	1030	2,25	Amorçage	12	20	17	0,0053	4	0,434
							C	1140	2,50		4	9	11	0,0130	6	0,718
1510TT18-19	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3000	A et B	715	1,95	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0
							C	780	2,10		8	0	0	0	0	0
1510TE18-19	304L	T(11%)	0,10	90°	391		A et B	750	1,90	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0
							C	835	2,15		8	0	0	0	0	0
1617T11-T1	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3300	C	820	2,25	Amorçage	4	9	6	0,0130	4	0,447

**Tableau 5-7 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction - Dépouillement intégrant les amorces et les pénétrations d'oxyde**

Amorces et pénétrations d'oxydes																	
Essai	Acier	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	R <sub>p 0.2</sub> à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	σ <sub>max</sub> (MPa)	σ <sub>max</sub> /R <sub>p 0.2</sub> (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre de fissures	a <sub>max</sub> (μm)	Densité moyenne (μm <sup>-1</sup> )	Longueur moyenne des fissures (μm)	Critère global	
1510TT1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	2300	A et B	1010	2,10	Amorçage	8	1	7	0,0004	7	0,003	
							C	1115	2,35		10	4	2	0,0023	2	0,016	
1510TE1	304L						A et B	1060	2,15	Pas de CSC	8	0	0	0	0	0	
					496		C	1180	2,40	Amorçage	4	2	3	0,0029	3	0,017	
1510T0T1	316L A	T(36%)	0,31	45°	561	2950	A et B	1140	2,05	Pas de CSC	4	0	0	0	0	0	
							C	1230	2,20		4	0	0	0	0	0	0
1510T0E1-2	304L						A et B	1205	1,95		12	0	0	0	0	0	0
					611		C	1340	2,20		8	0	0	0	0	0	
1510TT6	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	3075	A et B	880	1,95	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0	
							C	985	2,20		8	0	0	0	0	0	
1510TE6-26	304L						A et B	930	2,05	Amorçage	16	5	4	0,0010	3	0,016	
					459		C	1060	2,30	Pas de CSC	8	0	0	0	0	0	
1510TT7-25	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	5000	A et B	970	2,20	Amorçage	12	14	7	0,0037	3	0,149	
							C	1080	2,40		6	8	5	0,0077	3	0,196	
1510TE7-25	304L						A et B	1030	2,25		12	21	17	0,0056	4	0,461	
					459		C	1140	2,50		4	9	11	0,0130	6	0,718	
1510TT18-19	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3000	A et B	715	1,95	Pas de CSC	12	0	0	0	0	0	
							C	780	2,10		8	0	0	0	0	0	0
1510TE18-19	304L						A et B	750	1,90		12	0	0	0	0	0	0
					391		C	835	2,15		8	0	0	0	0	0	
1617T11-T1	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3300	C	820	2,25	Amorçage	4	16	6	0,0231	3	1,083	

### 5.3.2.2. Effet du trajet de chargement

L'effet du trajet de chargement est étudié par comparaison des résultats d'amorçage obtenus sur les états pré-déformés par traction T(36%) 90° et 45° pour les deux aciers 304L et 316L A. La comparaison concerne d'une part les éprouvettes 1510TE2 (90°) et 1510T0E1-2 (45°) pour l'acier 304L et d'autre part les éprouvettes 1510TT1-2 (90°) et 1510T0T1 (45°) pour l'acier 316L A. L'ensemble des points expérimentaux est reporté dans l'espace chargement relatif - durée d'essai (Figure 5-21).



**Figure 5-21 : Influence du chargement relatif et de la durée d'essai sur l'amorçage de la CSC à 360°C pour les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(36%), pour deux trajets de chargement complexes**

Pour l'acier 304L T(36%),  $\alpha = 90^\circ$ , de rares et courtes amorces ont été observées après 2300 h d'essai pour le niveau de chargement relatif testé le plus élevé ( $\sigma_{max}/R'p_{0.2, 360^\circ C} = 2,4$ ). Par contre, aucune amorce n'a été observée pour le niveau de chargement relatif inférieur ( $\sigma_{max}/R'p_{0.2, 360^\circ C} = 2,15$ ). Pour l'acier 316L A T(36%),  $\alpha = 90^\circ$ , de rares et courtes amorces ont été observées pour les deux niveaux de chargement relatifs testés ( $\sigma_{max}/R'p_{0.2, 360^\circ C} = 2,1$  et  $2,3$ ). Au contraire, pour un angle de  $45^\circ$  entre les deux directions de chargement successives, aucune fissure n'a été observée après 3000 h pour les deux niveaux de chargement relatifs testés, quel que soit l'acier. La durée d'essai pour  $\alpha = 45^\circ$  est, de plus, supérieure de 30% à celle de l'essai pour  $\alpha = 90^\circ$ , ce qui correspond à une prolongation de 700 h. Il est établi que l'augmentation du temps d'exposition au milieu en présence d'un chargement mécanique est une condition favorable à l'amorçage des fissures de CSC. Il semble donc que le chemin de déformation à  $45^\circ$  ne soit pas plus sévère du point de vue de la sensibilité à la CSC que le chemin de déformation à  $90^\circ$  sans que le contraire puisse être établi sur la seule base de ces deux essais. Pour cette raison, la valeur  $\alpha = 90^\circ$  sera choisie pour la suite des essais afin d'identifier le rôle du niveau d'écrouissage sur la sensibilité à l'amorçage des fissures de CSC. Pour la même raison, seuls des résultats associés à un angle de prélèvement  $\alpha = 90^\circ$  seront présentés par la suite.

### 5.3.2.3. Effet de la durée d'essai

L'effet de la durée des essais est discuté à partir des résultats obtenus sur des éprouvettes pré-tractionnées jusqu'à 26% d'allongement. Les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(26%) avec  $\alpha = 90^\circ$  ont été exposés, sous contrainte, en milieu primaire pendant 3000 h puis pendant 5000 h. Les évolutions de la densité linéique et de la profondeur moyenne des fissures sont représentées Figure 5-22 et Figure 5-23.

Au total, trois niveaux de contrainte différents ont été testés pour chacun des aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(26%). La comparaison des données obtenues pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  compris entre 2,15 et 2,2 pour l'acier 316L A et entre 2,25 et 2,30 pour l'acier 304L pour une durée de 3000 h, puis pour une durée de 5000 h, permet d'accéder à l'effet de la durée découplé de l'effet de la contrainte.

Après 3000 h d'essai, aucune amorce n'a pu être observée pour les aciers 304L et 316L A soumis à un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  de 2,2 pour l'acier 316L A et de 2,3 pour l'acier 304L. Toutefois, pour l'acier 304L, des amorces intergranulaires ont été observées après 3000 h sur une seule des quatre entailles de type A/B ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ ) ce qui correspond au niveau de contrainte testé le plus faible. Si l'essai est prolongé de 2000 h (durée totale d'essai de 5000 h), de nombreuses amorces sont aisément identifiées pour chacune des entailles et pour les deux aciers, alors que le niveau de contrainte est légèrement inférieur (2,15 au lieu de 2,2 pour l'acier 316L A et 2,25 au lieu de 2,3 pour l'acier 304L). Les profondeurs moyennes restent alors limitées aux premiers microns ( $<10 \mu\text{m}$ ). Une profondeur maximale de  $17 \mu\text{m}$  a cependant été mesurée pour l'acier 304L, T(26%),  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ , 5000 h.

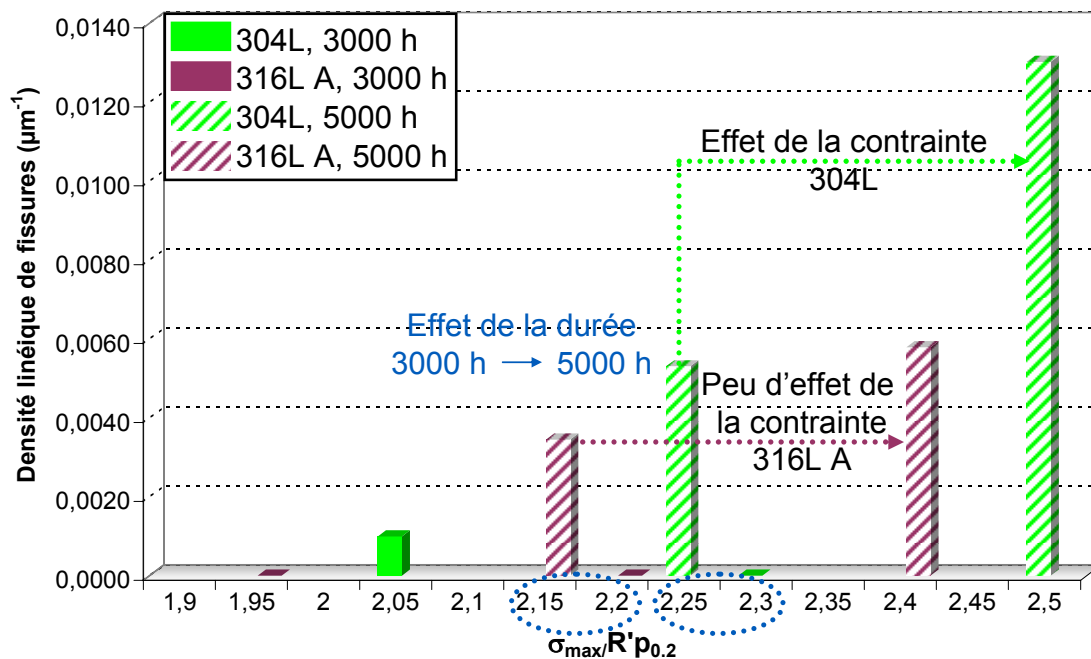


Figure 5-22 : Evolution de la densité linéique des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai - Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(26%),  $90^\circ$

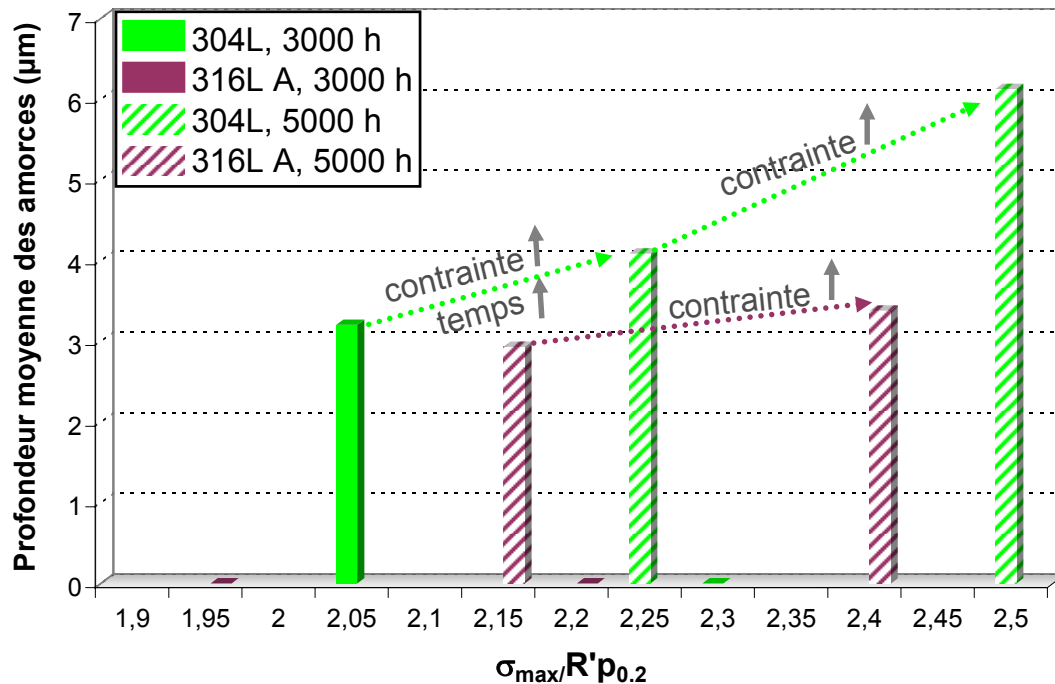


Figure 5-23 : Evolution de la profondeur moyenne des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai -Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(26%), 90°

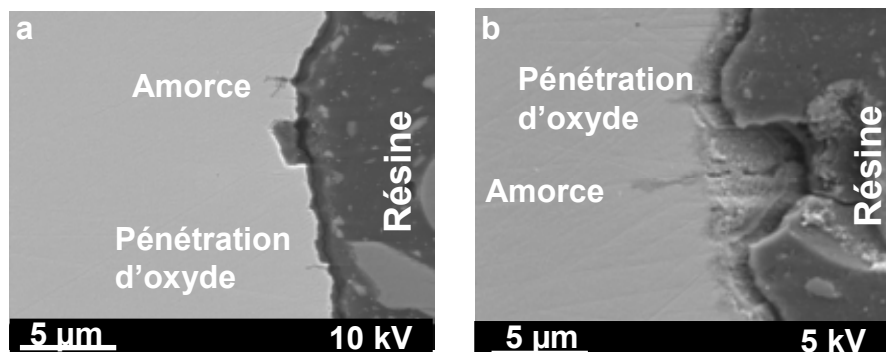


Figure 5-24 : Amorces et pénétrations d'oxyde en fond d'entaille - Observations sur coupe métallographiques- Pré-déformation par traction T(26%), 90° et essais de CSC à 360°C, sous chargement trapèze,

- a) Eprouvette 1510TT7, entaille A, acier 316L A,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,15$ , 5000 h  
 b) Eprouvette 1510TE7, entaille B, acier 304L,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ , 5000 h

On retiendra que l'effet de la durée sur l'amorçage se traduit par l'apparition d'amorces (augmentation de la densité linéique de fissures). De nombreuses pénétrations d'oxyde sont également observées pour les essais longue durée (Figure 5-24).

### 5.3.2.4. Effet de la contrainte

L'effet du niveau de contrainte a été étudié pour les deux matériaux, sur une gamme de chargement relatif  $\sigma/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  allant de 1,9 à 2,5. Dans ce qui suit, l'effet de ce paramètre sera présenté pour chaque niveau de pré-déformation testé. Une synthèse finale sera ensuite proposée.

#### 5.3.2.4.1 Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(36%)

Pour ce niveau de pré-déformation, l'effet du niveau de chargement relatif est étudié pour une durée d'essai de 2300 h. Les résultats sont présentés Figure 5-25 et Figure 5-26. Pour l'acier 304L T(36%),  $\alpha = 90^\circ$ , seul le niveau de contrainte relatif testé le plus élevé conduit à l'amorçage. Pour l'acier 316L A, les deux niveaux de chargement relatif testés ont donné lieu à l'amorçage de fissures de CSC. L'amorçage vrai est donc réalisé en 2300 h, pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  supérieur ou

égal à 2,1. L'augmentation du niveau de chargement se traduit par une augmentation de la densité de fissures obtenue en 2300 h (Figure 5-25). On remarquera que les valeurs de densité de fissures sont toutefois faibles. En particulier, une seule amorce a été détectée pour l'acier 316L A soumis à un chargement  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} = 2,1$ . De plus, la contrainte ne semble pas avoir de véritable effet sur la profondeur des fissures à ce stade de l'amorçage (premiers microns), comme on peut l'observer sur la Figure 5-26.

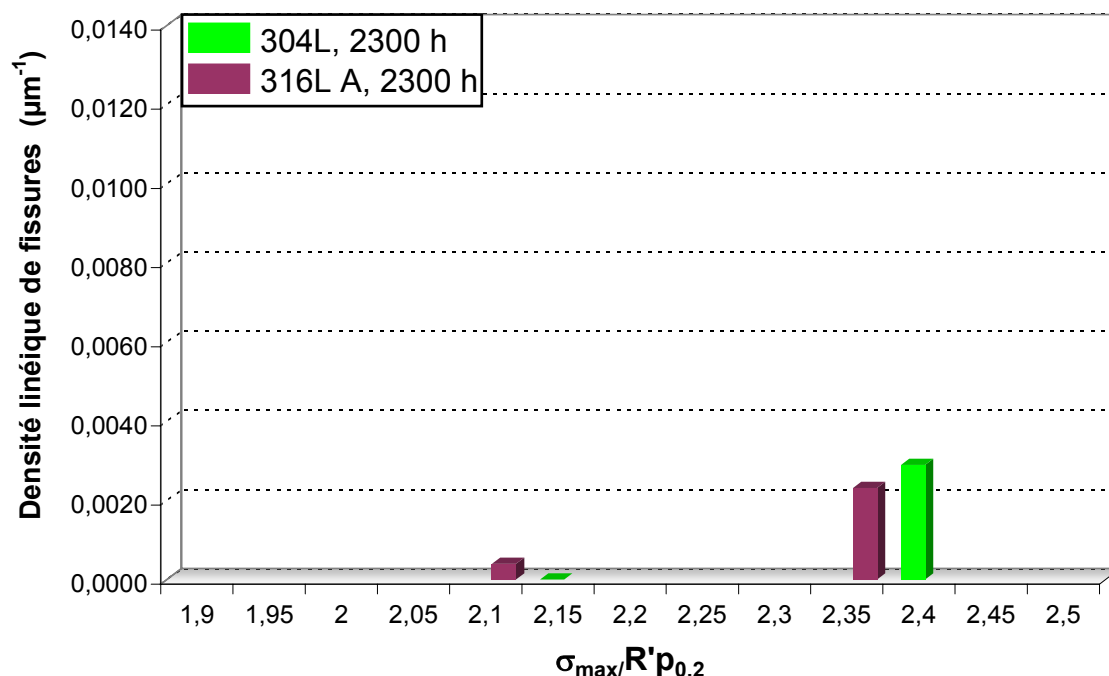


Figure 5-25 : Evolution de la densité linéique des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai - Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(36%), 90°

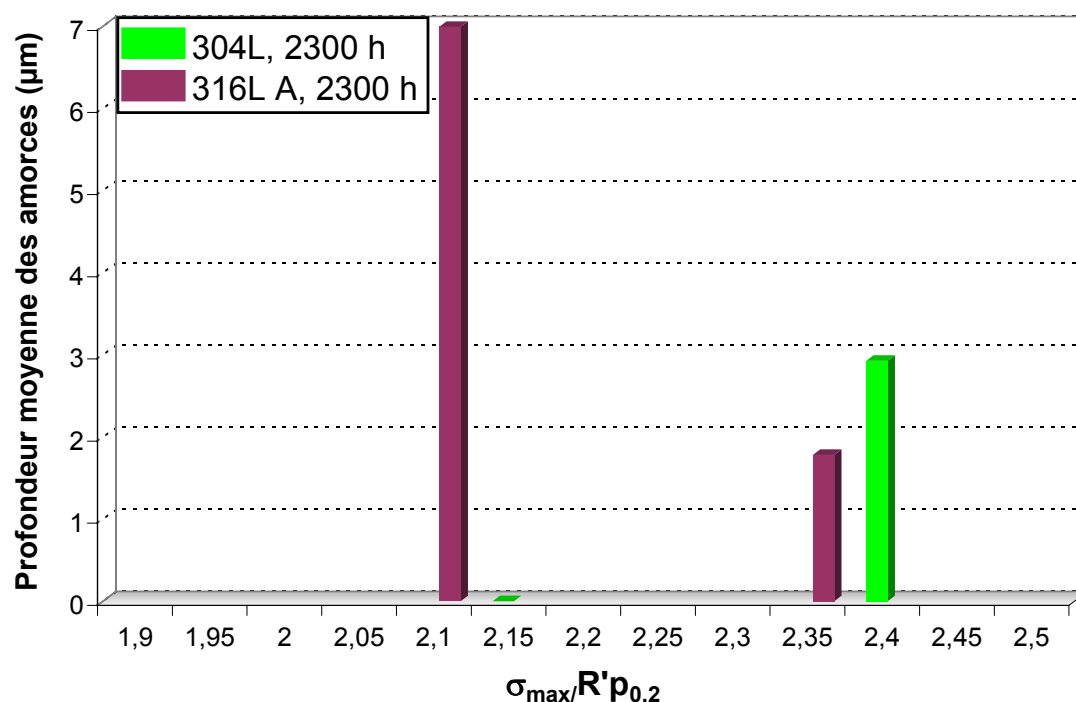


Figure 5-26 : Evolution de la profondeur moyenne des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai - Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(36%), 90°



### 5.3.2.4.2 Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(11%)

L'acier 316L A pré-déformé par traction T(11%),  $\alpha = 90^\circ$  a été soumis à trois niveaux de chargement relatif ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 1,95, 2,1$  et  $2,25$ ) pendant des durées d'environ 3000 h (respectivement 3000 h, 3000 h et 3300 h). La comparaison de ces essais permet donc d'accéder directement à l'effet de la sollicitation mécanique découplé des autres paramètres étudiés (matériaux, durée d'essai, chemin de déformation). Dans ces conditions, seul le niveau de chargement relatif le plus élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ ) a donné lieu à l'amorçage de fissures de CSC (Figure 5-27 et Figure 5-28). Les amorces de fissures observées sur les coupes métallographiques sont courtes ( $a_{\max} = 6 \mu\text{m}$ ). L'histogramme de distribution des profondeurs de fissures (Figure 5-29) a été réalisé en considérant des intervalles de profondeur de  $5 \mu\text{m}$  jusqu'à  $20 \mu\text{m}$  de profondeur puis des séries de  $10 \mu\text{m}$ . Cela permet de d'affiner la caractérisation de la fissuration pour les premiers stades de l'amorçage. La distribution des profondeurs de fissures est resserrée autour de la valeur médiane soit 3 à  $4 \mu\text{m}$ . L'amplitude de la distribution des profondeurs de fissures est égale à la profondeur maximale des amorces soit  $6 \mu\text{m}$ , avec un écart type de  $1 \mu\text{m}$  (Tableau 5-8). Pour cet essai, nous pouvons conclure que la fissuration observée correspond aux tout premiers stades de l'amorçage. De plus, elle est homogène. La densité linéique de fissures observées est supérieure à  $0,013 \mu\text{m}^{-1}$  (Figure 5-27).

On vérifie aussi que l'augmentation de la contrainte appliquée permet de réduire le temps d'amorçage vrai. Pour des chargements relatifs  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  inférieurs à  $2,25$ , la durée nécessaire à l'amorçage vrai est supérieure à 3000 h. Pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  de  $2,25$ , de courtes amorces sont observées en 3300 h, le temps d'amorçage vrai est donc inférieur à 3300 h. Pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(11%),  $\alpha = 90^\circ$ , aucune amorce n'a été observée en 3000 h pour des niveaux de chargement relatif inférieurs ou égaux à  $2,15$ . L'essai comparatif reste à réaliser sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ . On retiendra que, pour une pré-déformation par traction T(36%), l'amorçage vrai est réalisé en 3000 h, pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  supérieur à  $2,15$ .

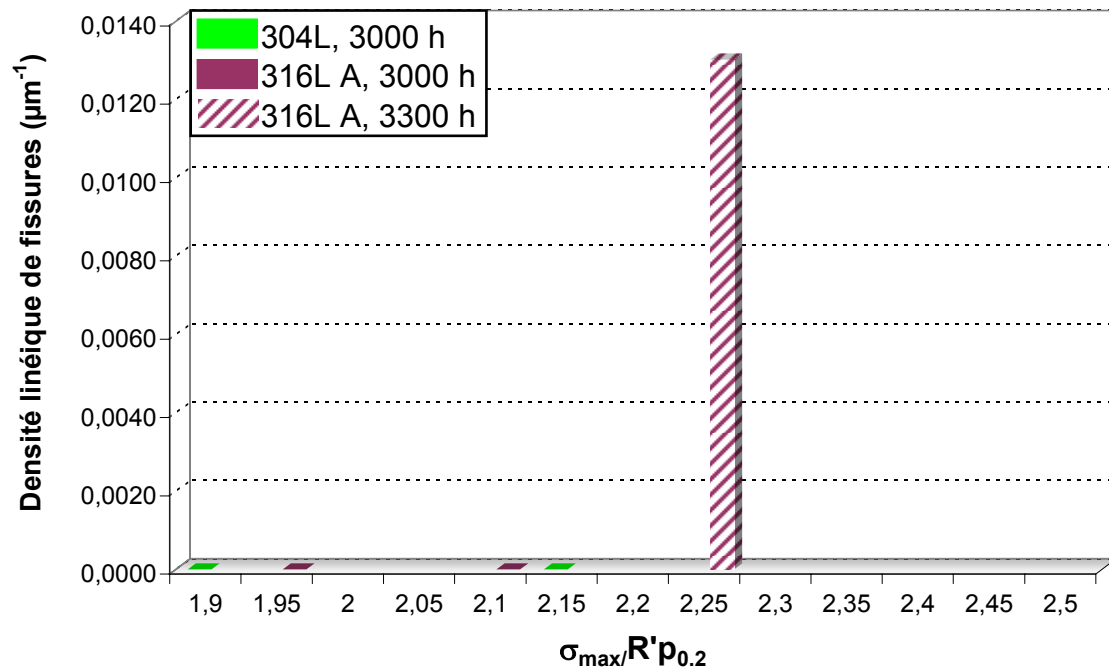


Figure 5-27 : Evolution de la densité linéique des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai - Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(11%)  $90^\circ$

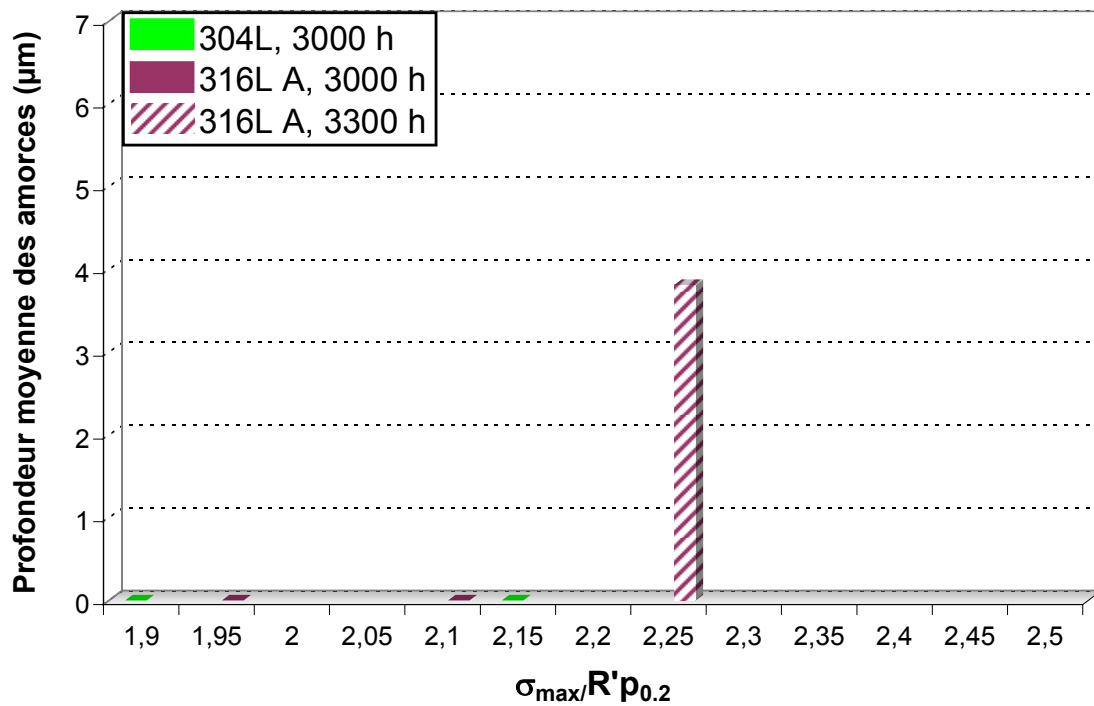


Figure 5-28 : Evolution de la profondeur moyenne des amorces avec le niveau de chargement relatif et la durée d'essai - Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(11%), 90°

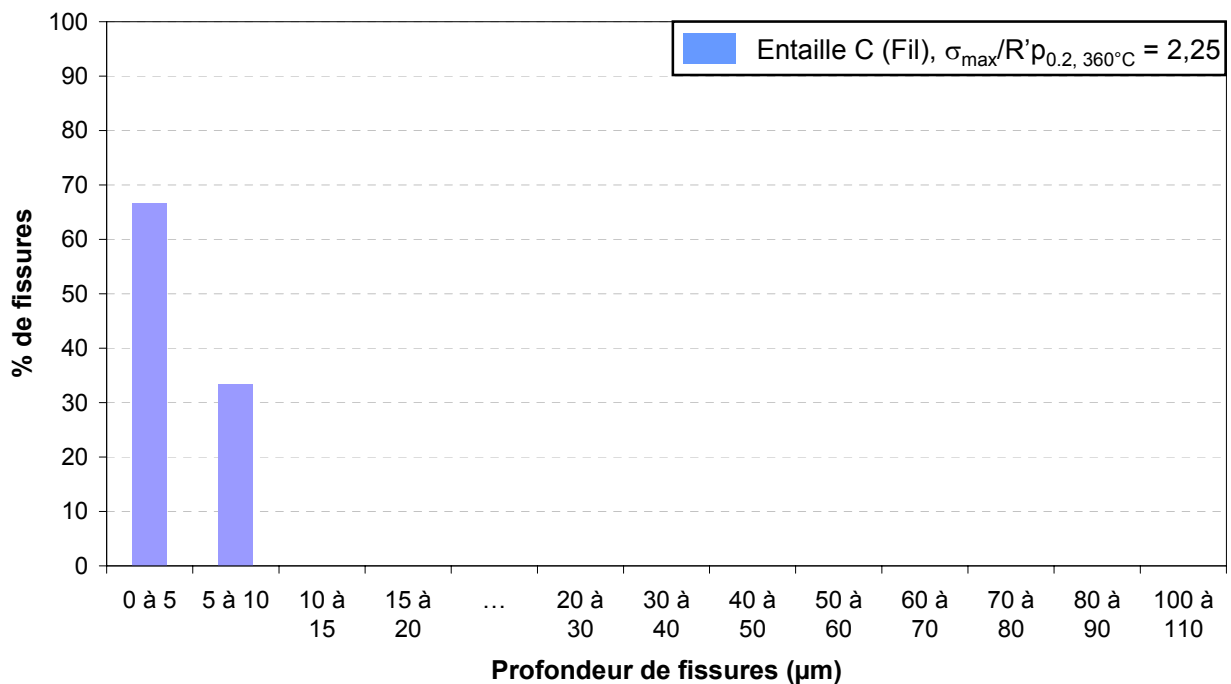


Figure 5-29 : Histogramme des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprouvette 1617T11T1, entaille C, acier 316L A, T(11%), 90°, 3300 h

Tableau 5-8 : Caractéristiques de la distribution des profondeurs de fissures. Eprouvette 1617T11T1, entaille C, acier 316L A, T(11%), 90°, 3300 h

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne (µm)	Ecart type (µm)	Amplitude (µm)
316L A T(11%)	C (Fil)	2,25	3300	4	1	4

### 5.3.2.4.3 Aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(26%)

Des données expérimentales ont été obtenues sur les états pré-déformés par traction T(26%) pour des niveaux de chargement relatifs  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  compris entre 1,95 et 2,5. Un niveau de chargement relatif modéré,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} \approx 2,0$ , a été testé pour les deux aciers pré-déformés T(26%) pendant 3000 h. Un chargement relatif élevé,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,4$  pour l'acier 316L A,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,5$  pour l'acier 304L, a de plus été testé pendant 5000 h. L'ensemble de ces données permet de comparer qualitativement les effets de la durée d'essai et du niveau de chargement relatif appliqué (Figure 5-22 et Figure 5-23).

Pour l'acier 304L, des amorces intergranulaires ont été observées après 3000 h sur une seule des quatre entailles de type A/B ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ ) ce qui correspond au niveau de chargement relatif testé le plus faible. De plus, des cavités en avant de la pointe de fissure sont observées. Elles pourraient être la conséquence de la propagation d'une fissure dans un plan séquent au plan d'observation. Un exemple d'observation au MEB est proposé Figure 5-30. La distribution des profondeurs de fissures (Figure 5-31) est caractérisée par une amplitude et un écart type faibles (Tableau 5-9) : toutes les fissures observées ont une profondeur inférieure à 5  $\mu\text{m}$ . Comme précédemment pour l'acier 316L A T(11%), seuls les tous premiers stades de l'amorçage sont observés.

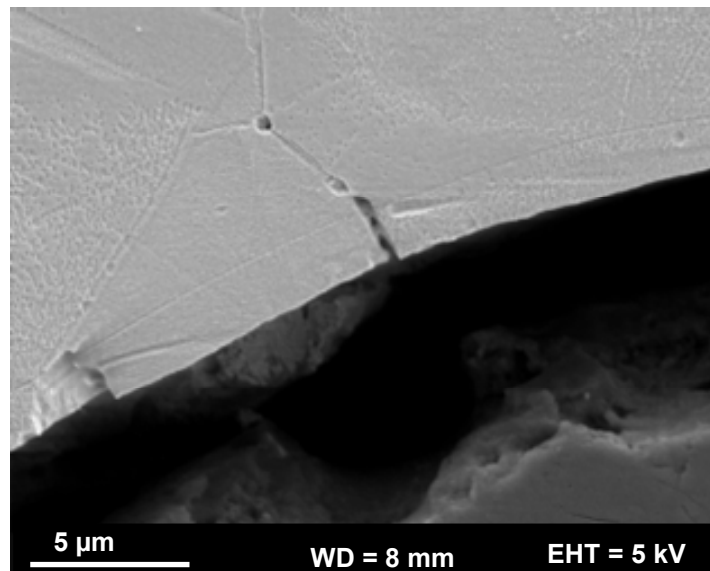
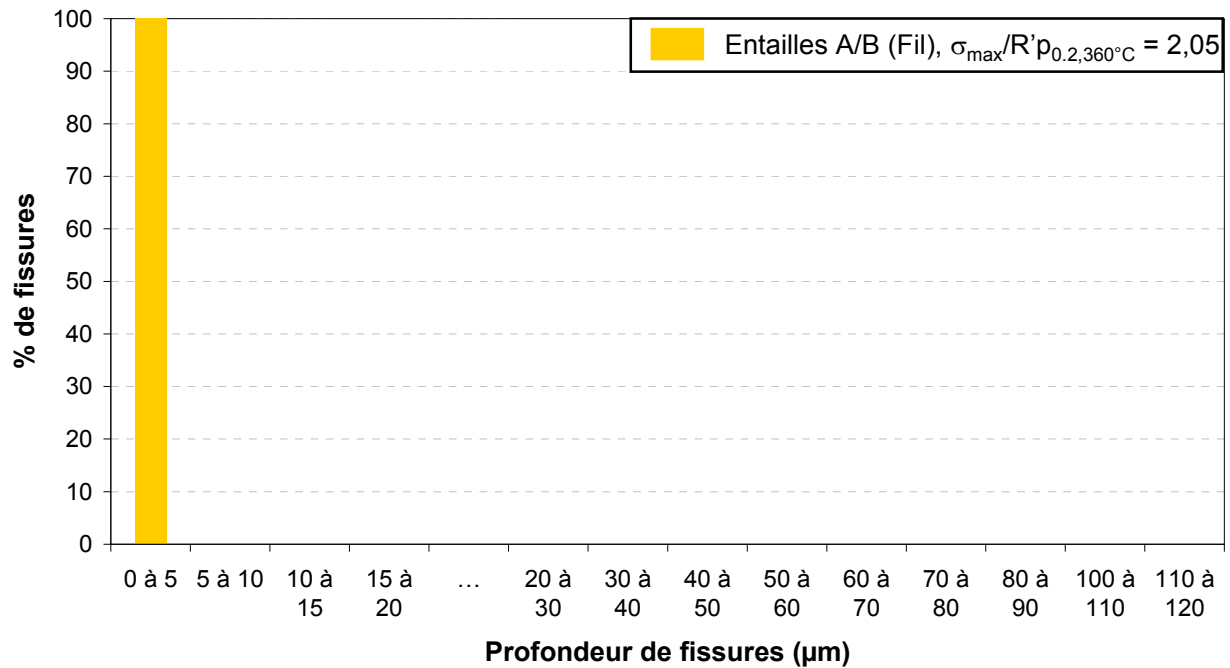


Figure 5-30 : Amorce de fissure de CSC en fond d'entaille - Observation sur coupe métallographique. Eprouvette 1510TE6, entaille B, acier 304L, T(26%), 90°,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ , 3000 h



**Figure 5-31 : Histogramme des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprouvette 1510TE6, entaille B, acier 304L, T(26%), 3000 h. Des amorces ont été observées sur une seule entaille sur quatre**

**Tableau 5-9 : Caractéristiques de la distribution de profondeurs de fissures. Eprouvette 1510TE6, entaille B, acier 304L, T(26%), 3000 h**

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne (μm)	Ecart type (μm)	Amplitude de la distribution (μm)
304L T(26%)	A/B	2,05	3000	3	1	2

Après 5000 h d'essai, de nombreuses fissures ont été observées pour les deux niveaux de chargement relatif testés, soit  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,15$  et  $2,40$  pour l'acier 316L A et  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,25$  et  $2,5$ , pour l'acier 304L. Cependant, la profondeur des fissures demeure limitée aux premiers micromètres ( $< 5 \mu\text{m}$  en moyenne). La profondeur maximale observée après 5000 h d'essai est de  $17 \mu\text{m}$  (304L, 5000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,25$ ). On observe que l'augmentation du niveau de contrainte appliqué pendant 5000 h entraîne une augmentation de la densité de fissures pour l'acier 304L (Figure 5-22) alors qu'un faible effet de la contrainte est observé pour l'acier 316L A. Il semblerait de plus que l'augmentation de la contrainte appliquée n'ait pas non plus d'effet significatif sur la profondeur moyenne des fissures pour les aciers 304L et 316L A. L'historgramme de distribution des profondeurs de fissures est resserré autour de la valeur médiane ( $3 \mu\text{m}$ ) pour l'acier 316L A (Figure 5-32), alors qu'un étalement de la distribution des profondeurs de fissures est observé pour l'acier 304L (Figure 5-33). Cela se traduit par des amplitudes de distribution plus élevées, et surtout une profondeur maximale plus élevée pour l'acier 304L que pour l'acier 316L A. Par contre les valeurs des écarts type restent comparables (Tableau 5-10).

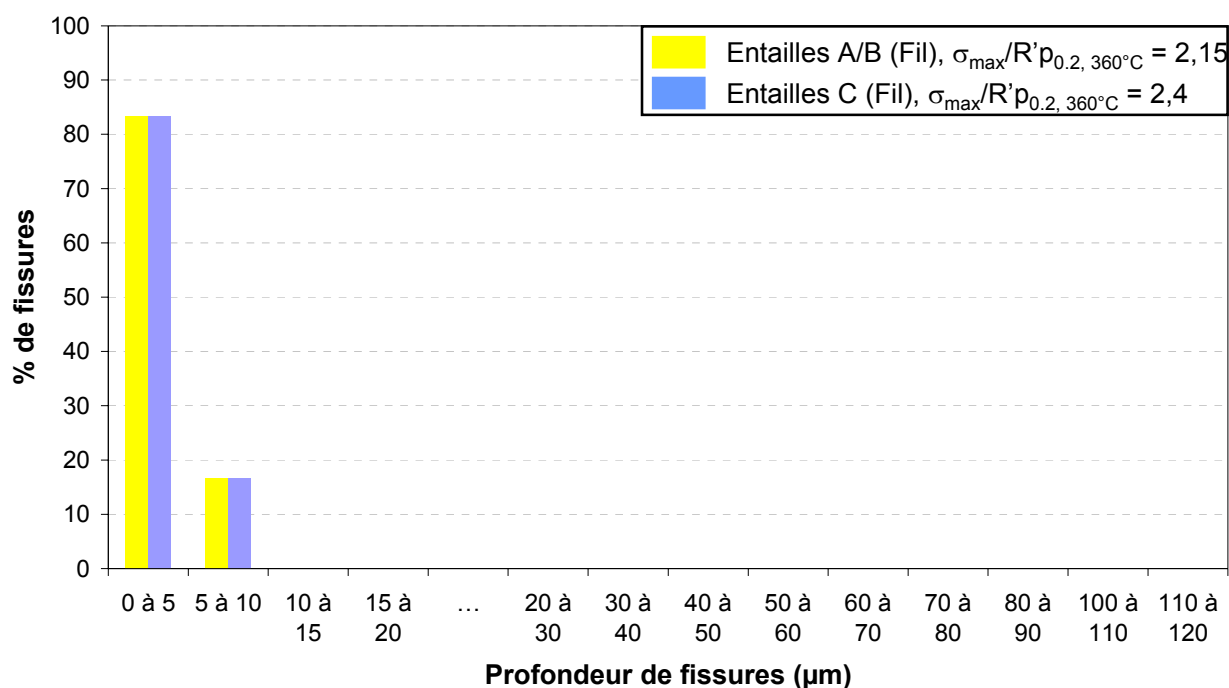


Figure 5-32 : Histogramme des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprouvetttes 1510TT7 et 25, acier 316L A, T(26%), 90°, 5000 h

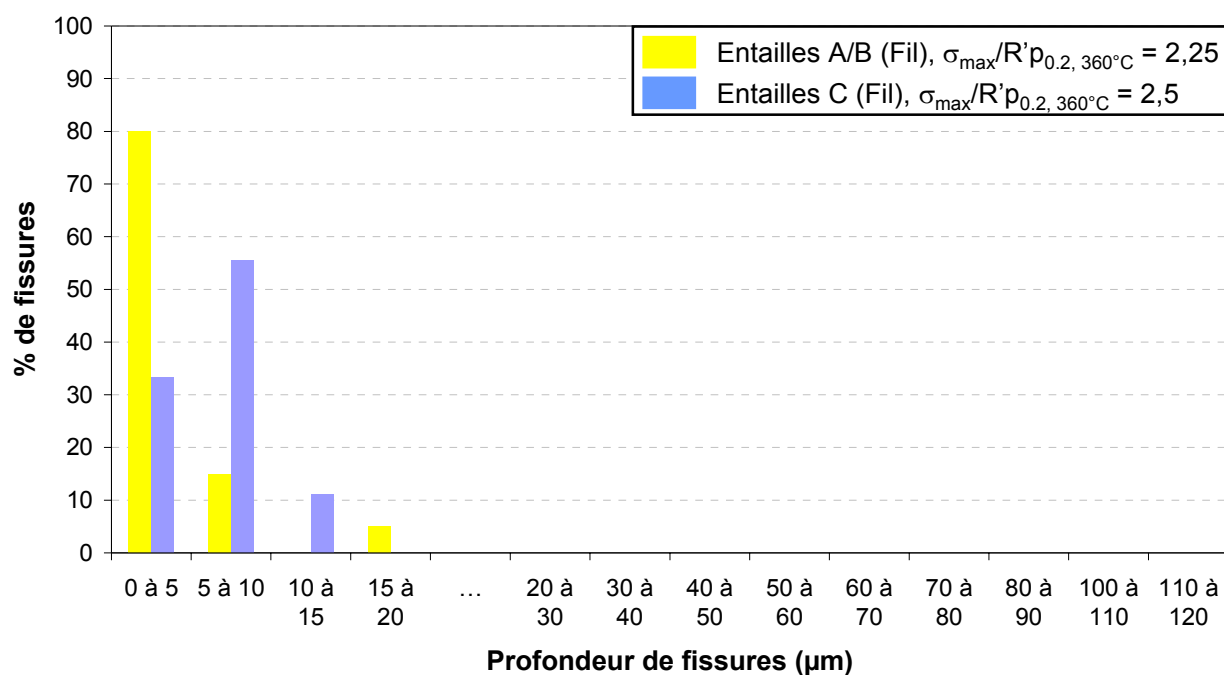


Figure 5-33 : Histogramme des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprouvetttes 1510TE7 et 25, acier 304L, T(26%), 90°, 5000 h

**Tableau 5-10 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures. Eprouvettes 1510TT7-25 et 1510TE7-25, aciers 304L et 316L A, T(26%), 5000 h**

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart type ( $\mu\text{m}$ )	Amplitude de la distribution ( $\mu\text{m}$ )
316L A T(26%)	A/B (Fil)	2,15	5000	3	2	6
	C (Fil)	2,4		3	2	4
304L T(26%)	A/B (Fil)	2,25		4	4	15
	C (Fil)	2,5		6	2	8

#### 5.3.2.4.4 Conclusion relative à l'effet du niveau de contrainte

Quels que soient le niveau de pré-déformation et le matériau, l'augmentation du niveau de contrainte se traduit par l'apparition de fissures (et de fait par l'augmentation de leur densité) et / ou par l'augmentation de leur profondeur.

Il a été vérifié que l'augmentation du niveau de sollicitation mécanique diminue le temps d'amorçage vrai, défini comme le temps nécessaire pour l'établissement d'une fissure de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ . Il apparaît donc que le niveau de chargement relatif et la durée d'essai nécessaires pour atteindre le stade d'amorçage vrai sont deux paramètres étroitement liés. Les données disponibles n'ont toutefois pas permis de mettre en évidence de contrainte seuil pour l'amorçage vrai des fissures de CSC. Au contraire, dans les conditions testées, l'amorçage se produit pourvu que la durée de l'essai soit suffisamment longue. On rappelle toutefois que les niveaux de chargement relatif testés expérimentalement sont élevés vis-à-vis de la limite d'écoulement du matériau. Des essais sous chargement relatif plus faible pendant des durées plus longues seraient pertinents pour évaluer l'existence ou non d'un seuil d'amorçage en contrainte.

Enfin, des différences de réponses d'amorçage ont été observées entre les aciers 304L et 316L A. Elles ne relèvent pas d'une différence de sensibilité à l'amorçage vrai, mais au contraire sont à relier à la vitesse de propagation lente des défauts. En effet des densités linéiques d'amorces élevées sont observées pour les aciers 304L et 316L A T(26%) en 5000 h. Le seuil d'amorçage est donc franchi pour les deux matériaux. La principale différence concerne les profondeurs maximales de fissures, ce qui relève de la cinétique de propagation lente.

#### 5.3.2.5. Cartes de sensibilité à l'amorçage

Dans le paragraphe précédent, les effets du chemin de déformation, de la durée d'essai et de la contrainte appliquée ont été analysés et des tendances communes ont été dégagées pour les deux matériaux et les trois niveaux de pré-déformation T(11%), T(26%), T(36%). L'ensemble des données obtenues est représenté ci-dessous dans l'espace  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  - durée d'essai (Figure 5-34).

La possibilité d'amorcer des fissures de CSC sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction est avérée. De plus, aucun seuil de pré-déformation n'a été observé, sachant qu'aucune pré-déformation inférieure à 11% n'a été testée expérimentalement. A niveau de chargement équivalent, seul un retard à l'amorçage vrai est observé lorsque le niveau de pré-déformation diminue.

On rappelle qu'un trajet de déformation à 45° semble moins favorable à l'amorçage des fissures de CSC qu'un trajet de chargement à 90° pour une pré-déformation par traction T(36%). Cette conclusion repose sur les résultats de quatre éprouvettes soit 12 entailles ce qui fournit un nombre conséquent de répétition des conditions. Toutefois, d'après les travaux de (Couvant 2009), les effets du trajet de chargement sont d'autant plus accentués que les déformations (pré-déformation à 20°C et déformation en milieu) sont faibles. Des essais complémentaires seraient les bienvenus pour vérifier l'effet du trajet de déformation sur les niveaux de pré-déformation T(11%) et T(26%).

Pour un trajet de chargement à 90°, une valeur de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  supérieure à 2 semble nécessaire pour amorcer des fissures de CSC en quelques milliers d'heures.

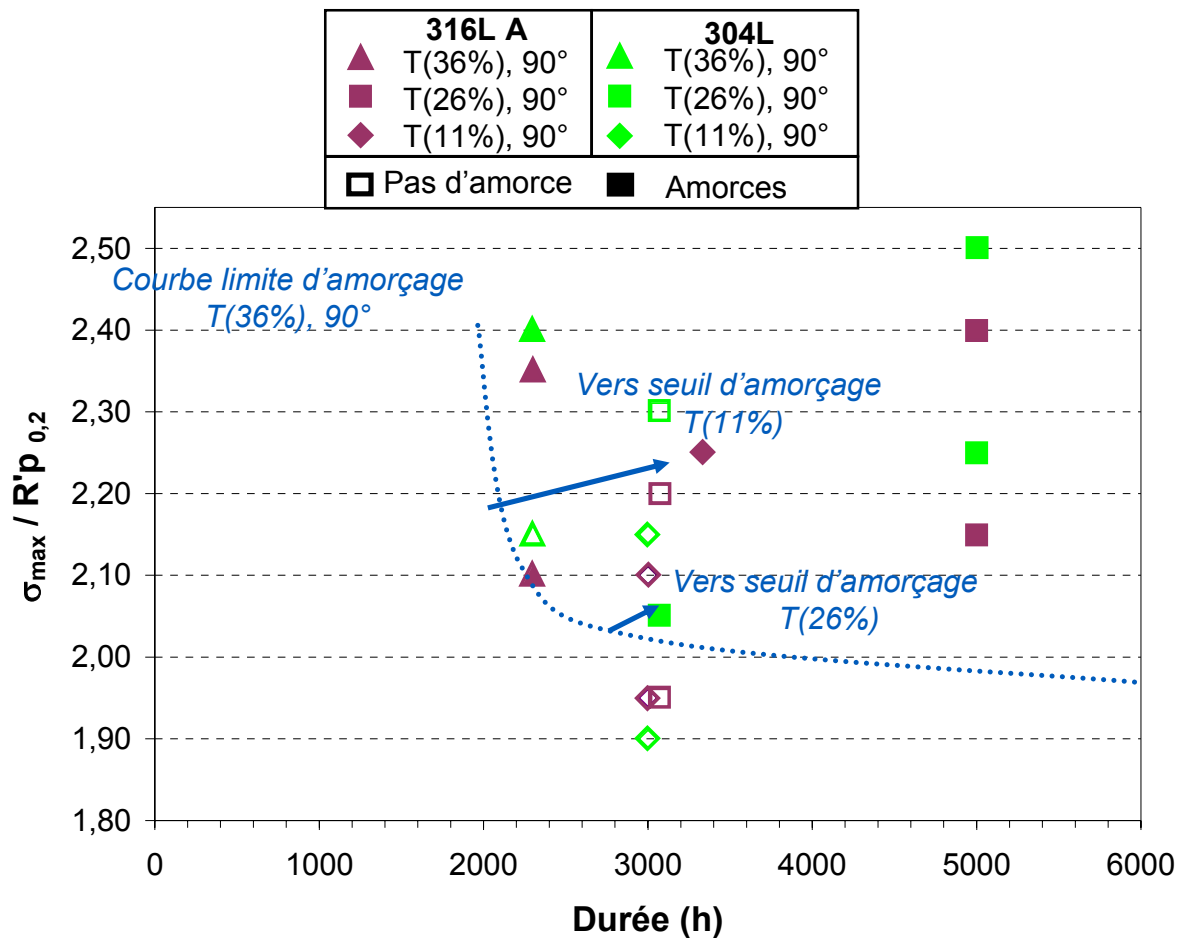


Figure 5-34 : Domaine d'amorçage à 360°C dans l'espace chargement relatif / durée en fonction de la pré-déformation

Les résultats disponibles permettent d'esquisser une courbe-limite d'amorçage vrai pour le niveau de pré-déformation testé le plus élevé (définie par les traits pointillés sur la Figure 5-34). Le critère d'amorçage est alors la détection d'au moins une amorce de fissure de CSC de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ . On observe également que, pour des valeurs de  $\sigma_{\max} / R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  supérieures à 2,2 et des durées d'essais supérieures à 3000 h, un amorçage multiple est observé. La densité linéique correspondante est toujours supérieure à 0,0030  $\mu\text{m}^{-1}$ . Cette valeur sera utilisée dans la suite comme critère d'amorçage multiple.

La carte de sensibilité à l'amorçage par CSC (Figure 5-35) présente donc trois grands domaines qui se succèdent lorsque le temps et / ou la contrainte augmentent : un domaine d'absence de fissuration, un domaine où l'étape d'amorçage vrai est franchie et un troisième domaine où un amorçage multiple est atteint (densité linéique supérieure à 0,0030  $\mu\text{m}^{-1}$ ). La transition vers une cinétique de propagation rapide intervient ensuite, si les conditions de chargement et de durée le permettent. Un quatrième domaine, correspondant à la propagation rapide des fissures pourrait être ajouté pour obtenir une carte de sensibilité à la CSC complète. Couvant a montré que la transition propagation lente / propagation rapide pour l'acier 304L est obtenu pour une profondeur critique de 50  $\mu\text{m}$ . Aucune fissure de 50  $\mu\text{m}$  n'ayant pu être observée, le domaine de propagation n'est pas représenté sur la Figure 5-35.



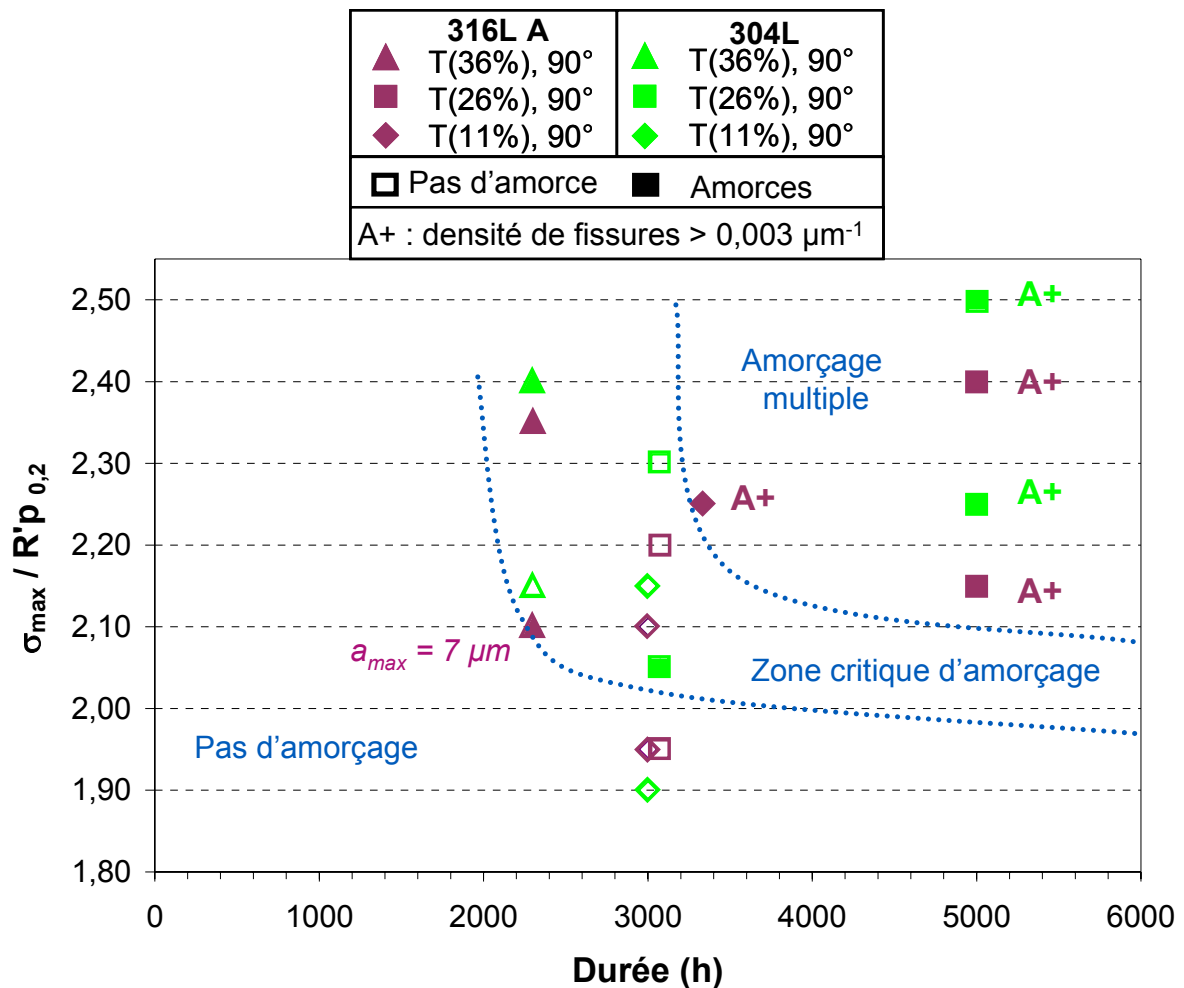


Figure 5-35 : Courbe limite d'amorçage et d'amorçage multiple à 360°C. Analyse en densité linéique

Les courbes limites d'amorçage et d'amorçage multiple ainsi obtenues facilitent l'interprétation des effets du matériau et de la pré-déformation. Le phénomène d'amorçage tel qu'observé se produit en trois étapes :

- amorçage vrai et propagation du défaut jusqu'à ce qu'il soit détectable par les moyens de l'étude.
- amorçage multiple. Le nombre d'amorces augmente au cours du temps, avec peu d'évolution de la profondeur moyenne. Le niveau de chargement favorise l'amorçage multiple sans être le paramètre prédominant. Par exemple, au bout de 5000 h, un amorçage multiple est obtenu sur les aciers 304L et 316L A T(26%), indépendamment du niveau de chargement relatif testé.
- propagation des défauts au-delà de la dizaine de micromètres. Le paramètre prépondérant est alors le chargement relatif.

Nous retiendrons que la courbe-limite d'amorçage, basée sur la détection d'au moins une amorce d'au moins 1  $\mu\text{m}$  de profondeur, est décalée vers les temps longs et les contraintes plus élevées lorsque la pré-déformation diminue. Par contre, les données disponibles n'ont pas permis d'observer ce même décalage pour la courbe-limite d'amorçage multiple. Le domaine d'amorçage multiple, tel que défini Figure 5-35, correspond aux couples chargement relatif / durée d'essai qui généreront suffisamment de fissures pour être facilement observées sur coupe. Le domaine intermédiaire a été baptisé domaine d'amorçage critique. C'est une zone intermédiaire au sein de laquelle l'amorçage est possible, mais difficile à étudier expérimentalement car les occurrences de l'amorçage sont faibles. De plus, la largeur de ce domaine varie avec le niveau de pré-déformation. En conséquent, les matériaux faiblement pré-déformés sont plus sensibles aux variations de contrainte que les matériaux fortement pré-déformés. Ce phénomène est aisément compréhensible : la déformation plastique augmente plus rapidement avec le niveau de chargement relatif pour les matériaux faiblement écrouis.

### 5.3.2.6. Effet du matériau

L'amorçage est avéré pour les aciers 304L et 316L A pour des couples de conditions (durée - chargement relatif) identiques ou proches, à l'exception de deux résultats que nous considérerons à la limite du domaine d'amorçage vrai. Ces résultats correspondent aux conditions expérimentales suivantes :

- 304L, T(26%), 3000 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$
- 316L A, T(36%), 2300 h,  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,1$

Pour l'acier 304L T(26%), 3000 h sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$ , toutes les amorces ont été observées sur la même entaille. Les trois autres entailles identiques n'ont présenté aucune amorce. On peut expliquer cette dispersion par la nature statistique de l'amorçage qui nécessite de répéter les essais pour s'assurer de la robustesse du résultat. Toutefois, dans le cadre de la détermination du domaine d'amorçage vrai, un seul cas d'amorçage suffit. La différence de résultats entre les différentes entailles équivalentes pourrait s'expliquer par un état de surface en fond d'entaille différent des autres, le fil diamanté étant passé à la main, ou encore par la présence d'une hétérogénéité microstructurale (ferrite par exemple) ayant facilité l'amorçage.

L'autre point de non-concordance entre les aciers 304L et 316L A concerne l'état pré-déformé par traction T(36%), 90°, en 2300 h sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,1$ . Cette fois, pour l'acier 316L A, une seule amorce a été observée sur un total de quatre entailles alors qu'aucune n'a pu être détectée pour l'acier 304L. On rappelle que la méthode de dépouillement utilisée (coupe) ne permet pas d'accéder à la densité réelle des fissures et dans le cas d'une densité d'amorces très faible, on ne peut donc pas exclure l'existence de fissures qui ne seraient pas observées. Toutefois, le fait de ne pas en observer est une preuve suffisante pour estimer que, pour ces conditions d'essais, nous sommes tout au moins en limite du domaine d'amorçage vrai.

A ces deux exceptions près, les différences de profondeurs moyennes entre les aciers 304L et 316L A sont de l'ordre de 2-3  $\mu\text{m}$  ce qui n'est pas significatif eu égard à la fiabilité de la méthode de détection des amorces sur coupes. On ne connaît pas la profondeur réelle de chaque amorce, seulement sa projection dans un plan de coupe. On remarque que les densités de fissures sont plus élevées pour l'acier 304L. Toutefois le critère d'amorçage multiple retenu est franchi pour les mêmes conditions de durée et de contrainte pour les deux matériaux.

L'analyse en densité linéique de fissures montre une évolution importante du nombre de fissures avec l'augmentation de la durée d'essai de 3000 h à 5000 h et du chargement mécanique relatif (de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,0$  à  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,2$ ) pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(26%). L'augmentation du nombre de fissures s'accompagne d'une augmentation importante du nombre de pénétrations d'oxyde (Tableau 5-7). Par contre, la profondeur moyenne évolue peu, ce qui dissimule l'hétérogénéité importante des profondeurs individuelles des amorces. Par contre, pour l'acier 316L A, l'amplitude de la distribution des profondeurs de fissures est moins importante. Entre 3000 h et 5000 h, l'amorçage vrai est indubitablement franchi, mais l'effet de la contrainte sur le nombre de fissures et leur profondeur est négligeable. Ces observations étayaient une plus faible sensibilité de l'acier 316L A à l'amorçage que celle de l'acier 304L. En 3000 h, l'acier 304L T(26%), dans les conditions testées est déjà dans la phase propagation lente, et au bout de 5000 h, certaines fissures commencent à se différencier par une profondeur largement supérieure à la moyenne (Figure 5-31). A l'inverse, l'acier 316L T(26%) amorce entre 3000 h et 5000 h dans les conditions de l'essai.

On considérera donc qu'aucune différence significative n'est observée entre les aciers 304L et 316L A. Les domaines de non-fissuration, d'amorçage et d'amorçage multiple sont considérés ensemble pour les aciers 316L A et 304L (Figure 5-35).

### 5.3.2.7. Effet de la pré-déformation

#### 5.3.2.7.1 Effet de la pré-déformation sur les conditions limites d'amorçage vrai

Nous allons maintenant considérer l'effet de la pré-déformation sur le temps d'amorçage vrai, c'est-à-dire l'apparition de la première fissure détectable, le critère de détection de cette étude étant fixé à 1  $\mu\text{m}$ .

Les éprouvettes les plus pré-déformées amorcent pour des couples (durée, contrainte) faibles, comme présenté sur la carte de sensibilité à l'amorçage (Figure 5-35). Ainsi l'amorçage vrai est avéré pour le 316L A T(36%) en 2300 h pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,1$ . A contrainte équivalente et pour une durée de 3000 h environ, aucune amorce n'est observée pour des taux de

pré-déformation inférieurs (11% et 26%), excepté pour l'acier 304L. Toutefois, lorsque la durée d'essai et/ou la contrainte sont augmentées de façon importante, un amorçage multiple est observé pour les états pré-déformés T(26%) et T(11%). La limite d'amorçage vrai a donc été franchie pendant l'essai, qui a duré suffisamment longtemps pour qu'un amorçage multiple s'établisse. Par exemple, en prolongeant la durée d'essai jusqu'à un total de 5000 h pour le niveau de pré-déformation T(26%), un amorçage multiple est observé pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  voisin de 2,2 (2,15 pour l'acier 316L A, 2,25 pour l'acier 304L). Pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  voisin de 2,2, la limite d'amorçage est donc franchie pour une durée comprise entre 3000 h et 5000h pour un niveau de pré-déformation de 26%. Autre exemple, aucun amorçage n'est observé en 3000 h pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  de 2,1, pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(11%). Ce résultat est attendu, l'acier 316L A pré-déformé par traction T(26%) n'ayant pas amorcé dans des conditions similaires. Par contre, si le niveau de sollicitation relatif atteint 2,25, un amorçage multiple est observé à 3300 h pour une pré-déformation T(11%).

En conclusion, la diminution du niveau de pré-déformation décale la limite d'amorçage vrai vers les temps longs et / ou les contraintes élevées.

#### 5.3.2.7.2 Effet de la pré-déformation sur les conditions limites d'amorçage multiple

Pour des valeurs de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  supérieures à 2,2 et des durées d'essais supérieures à 3000 h, un amorçage multiple est attendu quel que soit le niveau de pré-déformation. La densité linéique correspondante est alors supérieure à  $0,0030 \mu\text{m}^{-1}$ . Aucune donnée expérimentale ne permet à ce stade de tracer la courbe d'amorçage multiple pour les états pré-déformés par traction T(36%). Seuls les niveaux inférieurs de pré-déformation, testés sur des durées plus longues, ont donné lieu à un amorçage multiple, sans que seuil d'amorçage vrai n'ait pu être déterminé.

### 5.3.3. Conclusion

L'amorçage dit «expérimental» des fissures de CSC est difficile à obtenir sur les matériaux pré-déformés par traction. En effet, aucune des amorces observées n'atteint la profondeur-seuil des 50  $\mu\text{m}$  malgré un chargement relatif élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}}$  supérieur à 2) et une durée d'essai deux fois plus longue que celle estimée initialement sur la base des résultats obtenus sur l'acier 316L B L(40%) (Hermes 2009b).

On retiendra l'effet du trajet de chargement sur la sensibilité à la CSC : un trajet de chargement à  $90^{\circ}$  est apparu plus sévère qu'un trajet de chargement à  $45^{\circ}$ . L'effet de la durée d'essai sur l'amorçage se traduit par l'apparition de nouvelles amorces avec le temps (augmentation de la densité de fissures). Quels que soient le niveau de pré-déformation et le matériau, l'augmentation du niveau de contrainte se traduit par l'augmentation de la densité de fissures et / ou de leur profondeur. Toutefois, le paramètre prépondérant est la durée d'essai, du moins dans la gamme de chargement testée. Les éprouvettes les plus pré-déformées amorcent pour des couples (durée, contrainte) plus faibles. La diminution du niveau de pré-déformation décale la limite d'amorçage vrai vers les temps longs et / ou les contraintes élevées.

Les matériaux de cette étude sont, dans les conditions d'écrouissage précédemment définies, moins sensibles à l'amorçage des fissures de CSC que l'acier 316L B laminé L(40%). La différence entre les niveaux de pré-déformation atteints par traction et par laminage fournit une explication crédible aux différences de comportement observées. La diminution du niveau de pré-déformation entraînerait une augmentation du temps à l'amorçage. En effet une pré-déformation par laminage L(40%) entraîne une déformation généralisée deux fois supérieure à celle obtenue par pré-déformation par traction T(36%), (soit respectivement une déformation généralisée de 0,6 et 0,31).

Le retard à l'amorçage observé par rapport aux données de la littérature pourrait également s'expliquer, au moins partiellement, par un effet de la composition chimique, les teneurs en Ni et en Cr de l'acier 316L B étant situées dans les limites basses des spécifications RCCM. Ces différences de composition influent sur la valeur de l'EDE. Les valeurs faibles de l'EDE favorisent la sensibilité à la CSC vraisemblablement car elles favorisent la localisation de la déformation (Jiao 2007). Or l'acier 316L A a une EDE plus élevée que celles des aciers 304L et 316L B, qui sont proches. L'EDE ne peut donc expliquer à elle seule les différences de comportement observées entre l'acier 316L B et l'acier 316L A.

Dans la suite, nous nous attacherons à identifier le facteur expliquant les différences de sensibilité à l'amorçage précédemment décrites.

## 5.4. Sensibilité comparée des aciers 316L A et B à l'amorçage des fissures de CSC à l'état laminé L(40%)

### 5.4.1. Rappels

Pour l'acier 316L B L(40%) étudié au CEA, un amorçage significatif de 25 à 30  $\mu\text{m}$  a été obtenu en environ 2500 h sous un chargement cyclique avec une contrainte maximale en fond d'entaille  $\sigma_{\text{max}}$  de 1460 MPa soit un rapport  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 340^\circ\text{C}} = 2,06$  (Herms 2009b). Pour un niveau de chargement égal à 1277 MPa soit  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 340^\circ\text{C}} = 1,80$ , la durée nécessaire à l'amorçage est multipliée par un facteur 3 (6700 h). Dans la partie précédente, nous avons vu qu'un amorçage est observé pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%),  $\alpha = 90^\circ$  en 2300 h sous un chargement relatif  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,10$ . La durée d'essai et le niveau de chargement relatif pour les deux matériaux sont donc comparables. Toutefois pour l'acier 316L A une unique amorce de profondeur 7  $\mu\text{m}$  a été observée.

La différence importante de sensibilité à l'amorçage entre l'acier 316L A T(36%),  $90^\circ$  et l'acier 316L B L(40%),  $90^\circ$ , peut s'expliquer par :

- les différences de niveau de pré-déformation,
- des trajets de déformation différents,
- un effet de la chimie du matériau,
- la différence de taille de grains, le joint de grains pouvant jouer le rôle d'une barrière microstructurale,
- les différences liées à la géométrie de l'entaille (V pour l'acier 316L B L(40%) testé au CEA, U pour l'acier 316L A T(36%) testé à EDF),
- des états de surface différents en fond d'entaille suivant la géométrie désirée : des procédés d'usinage différents sont mis en œuvre pour une entaille en U ou une entaille en V : électro-érosion suivie du passage d'un fil diamanté pour l'entaille en U, rectification pour l'entaille en V.

Les niveaux de pré-déformation, considérablement différents, fournissent à ce stade l'explication la plus pertinente aux différences de sensibilité observées. Pour valider cette hypothèse, l'acier 316L A a été laminé jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur. Le même niveau de pré-déformation a donc été atteint pour les deux aciers 316L A et B. Toutefois on rappelle que le chemin de déformation n'est pas identique du fait des différences en termes de nombre de passes de laminage : 120 pour le 316L A et 3 pour le 316L B, conséquences de laminaires de laboratoires différents.

### 5.4.2. Paramètres testés

Le Tableau 5-11 présente les paramètres testés pour deux aciers, l'acier 316L A et l'acier 316L B pré-déformés par laminage.

**Tableau 5-11 : Matrice des essais pour les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par laminage**

Pré-déformation		L(40%)	
Angle de prélèvement $\alpha$		$90^\circ$	
316L A	$\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	2,05 et 2,05	2,05 et 2,4
	Eprouvettes	1617L40T1 et 2	1617L40T3 et 4
316L B	$\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	2,0 et 2,1	-
	Eprouvettes	1617L40CEA1 et 2	-
durée d'essai (h)		4400 avec interruption à 1400	1400

Les niveaux de chargement atteints en fond d'entaille ont été choisis par rapport à l'essai de référence du CEA pour l'acier 316L B L(40%) : 2500 h sous un chargement  $\sigma_{\text{max}}$  de 1460 MPa soit un rapport  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 340^\circ\text{C}} = 2,06$ .

Les éprouvettes concernées sont toutes en acier 316L, de géométrie type TRC et portent chacune trois entailles périphériques : deux entailles en U de rayon en fond d'entaille  $r_0 = 0,1$  mm et une entaille en V centrale d'ouverture angulaire  $60^\circ$  et de rayon en fond d'entaille  $r_0 = 0,125$  mm. La géométrie des entailles diffère donc par rapport aux premiers essais sur matériaux pré-déformés par

traction en particulier par l'utilisation d'une géométrie en V pour l'entaille centrale, ce qui facilitera la comparaison avec les essais du CEA (Herms 2009b), (Herms 2010). Les entailles en V ont été usinées par rectification ou par électro-érosion. Les entailles en U ont été usinées par électro-érosion (entailles A et B de géométrie identique), mais le passage du fil diamanté n'a été réalisé que pour la moitié d'entre elles, ici les entailles notées B. Trois états de surface en fond d'entaille ont donc été étudiés :

- état de surface après rectification,
- état de surface brut d'électro-érosion,
- état de surface après passage d'un fil diamanté pour une partie des entailles usinées par électro-érosion.

De plus, la profondeur des entailles varie d'un matériau à l'autre pour accommoder les différences importantes en termes de propriétés mécaniques.

### 5.4.3. Résultats sur matériaux pré-déformés par laminage

Les deux nuances d'acier 316L laminés L(40%) ont été soumises en milieu primaire à des chargements mécaniques comparables ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  entre 2,0 et 2,1). Après 1400 h sous chargement en milieu, l'essai est interrompu afin d'observer la surface des fonds d'entaille pour vérifier la présence ou non d'amorces. L'observation au MEB des surfaces des entailles révèle clairement que l'amorçage des fissures de CSC a eu lieu pour l'acier 316L A (Figure 5-36). L'état de la fissuration après 4400 h d'essai est également présenté à titre comparatif.

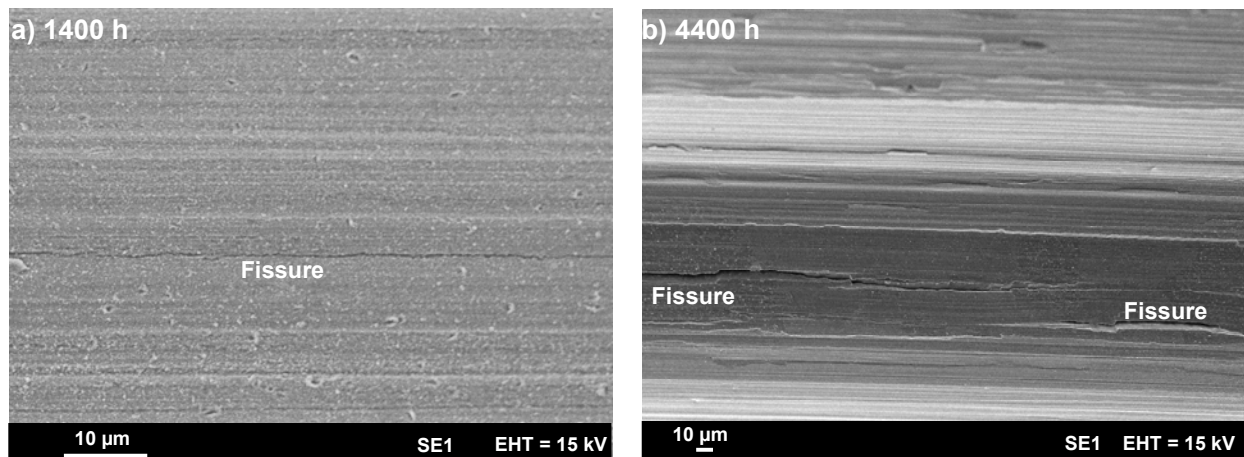
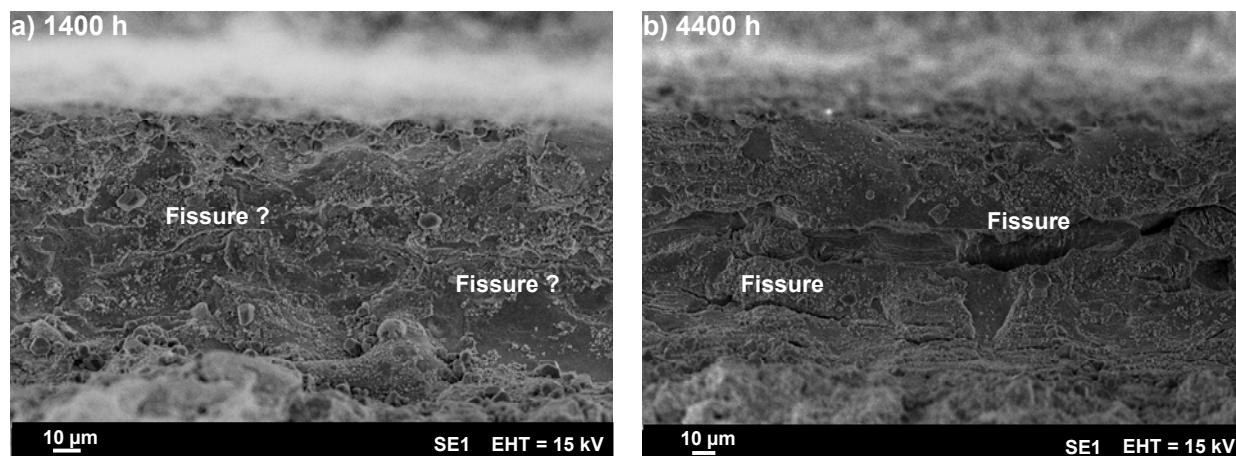
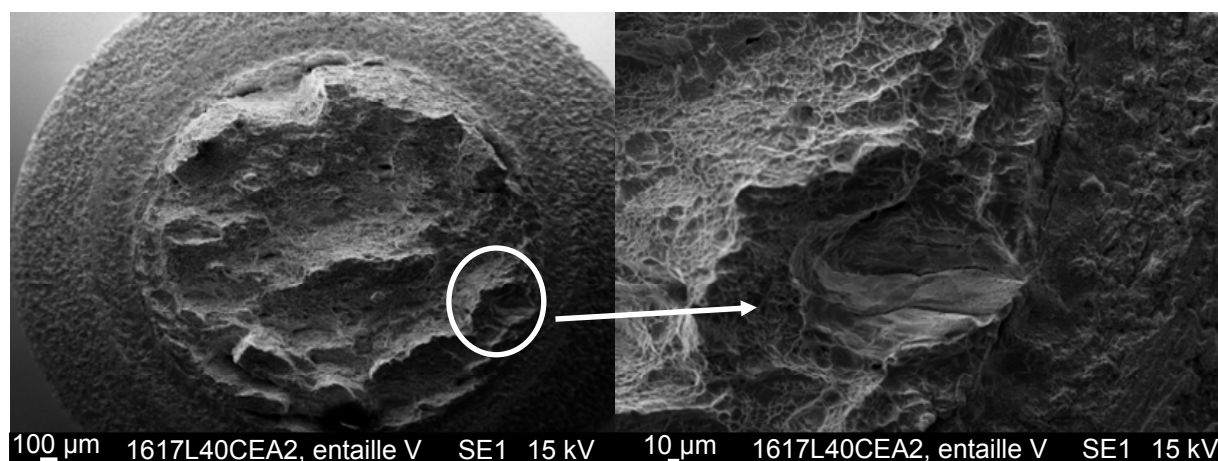


Figure 5-36 : Observations MEB du fond d'entaille de l'éprouvette 1617L40T1, entaille V (état de surface brut de rectification) (a) après 1400 h d'essai et (b) après 4400 h d'essai. Acier 316L A, L(40%),  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$



**Figure 5-37 : Observations MEB du fond d'entaille de l'éprouvette 1617L40CEA1, entaille B (état de surface brut d'électro-érosion) (a) après 1400 h d'essai et (b) après 4400 h d'essai. Acier 316L B, L(40%),  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,1$**

Toutefois les amorces observées sont peu ouvertes et probablement peu profondes. Des indices d'amorçage sont également repérés sur la surface des entailles pour l'acier 316L B sans que le phénomène soit suffisamment net pour conclure sans coupe (Figure 5-37). De plus, l'état de surface brut d'électro-érosion rend difficile l'identification de fissures peu ouvertes. Les éprouvettes sont donc remises en essai en vue d'obtenir un amorçage plus significatif. Après 4400 h cumulées, l'essai est interrompu par la rupture d'une des éprouvettes en acier 316L B (1617L40CEA2) au niveau de l'entaille centrale en V. L'observation du faciès de rupture au MEB (Figure 5-38) permet d'identifier une fissure intergranulaire de CSC d'une profondeur d'environ 50 μm.



**Figure 5-38 : Faciès de rupture de l'éprouvette 1617L40CEA2, au niveau de l'entaille V et détail du faciès : amorçage intergranulaire. Acier 316L B L(40%),  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,0$ , 4400 h**

Pour valider sur coupe l'amorçage observé en surface après 1400 h, deux éprouvettes en acier 316L A L(40%), ont été exposées pendant 1400 h sous un chargement mécanique de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$  pour l'entaille en V et un chargement plus élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,4$ ) pour les entailles symétriques en U. Une finition au fil diamanté a été réalisée pour les entailles A : elles seront annotées U(Fil).

Le détail des résultats d'amorçage est présenté au Tableau 5-12. On retiendra que l'amorçage est avéré dès 1400 h pour l'acier 316L A L(40%) et est vraisemblable pour l'acier 316L B L(40%) bien que sans confirmation sur coupe. En 4400 h, toutes les combinaisons entaille / procédé d'usinage / finition éventuelle ont donné lieu à un amorçage, dans certains cas très significatif à la fois en termes de densité de fissures et de profondeurs mesurées. Ces dernières sont, de plus, significativement plus élevées que pour les conditions précédentes de pré-déformation par traction.

**Tableau 5-12 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%) suivant l'état de surface en fond d'entaille - Dépouillement intégrant uniquement les amorces**

Eprouvettes	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	R'p <sub>0,2</sub> à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	Etat de surface de l'entaille	σ <sub>max</sub> /R'p <sub>0,2</sub> (360°C)	Résultats	Nombre d'observations réalisées	Nombre de fissures	a <sub>max</sub> (μm)	Profondeur totale de fissures observées (μm)	Profondeur moyenne des fissures (μm)	Critère global
1617L40T1-2	316L A	L(40%)	0,6	90°	570	4400 avec interruption à 1400 h	V	Rectifié	2,05		8	14	31	171	12	0,762
							A = U	Electro-érosion	2,05	Amorçage	6	32	16	209	7	3,542
							B = U(Fil)	Fil diamanté	2,05		8	48	11	185	4	3,543
1617L40CEA1	316L B	L(40%)	0,6	90°	709 à 340°C	4400 avec interruption à 1400 h	V	Electro-érosion	2,00	Amorçage	2	14	114	348	25	6,198
1617L40CEA2							V	Electro-érosion		Rupture	Fissure intergranulaire de 50 μm de profondeur					
1617L40CEA1-2							A = U	Electro-érosion	2,1	Amorçage	4	20	101	537	27	8,551
							B = U(Fil)	Fil diamanté	2,1		4	32	8	135	4	
1617L40T3-4	316L A	L(40%)	0,6	90°	570	1400	V	Rectifié	2,05		8	1	3	3	3	0,001
							A = U (Fil)	Fil diamanté	2,4	Amorçage	8	10	8	30	3	0,220
							B = U	Electro-érosion	2,4		4	8	100	205	26	2,376



### 5.4.3.1. Effet de l'état de surface en fond d'entaille

Pour les essais de 4400 h sur aciers 316L A et B laminés, le niveau de chargement relatif est comparable pour chacune des entailles ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  voisin de 2,05). La comparaison des résultats obtenus donne accès aux effets de l'état de surface lié à la méthode d'usinage (entaille en V ou en U) et éventuellement au passage d'un fil diamanté après usinage par électro-érosion. Pour toutes les entailles, un nombre de fissures supérieur à 10 a été observé, ce qui se traduit par des valeurs de la densité de fissures supérieures à celles obtenues dans la partie précédente pour les matériaux pré-déformés par traction (état de surface en fond d'entaille : électro-érosion + fil). La densité de fissures augmente ainsi d'un facteur compris entre 1 et 10 suivant la nature du matériau et l'état de surface. Sur la Figure 5-39 ci-dessous, la densité de fissures et la profondeur moyenne ont été reportées pour chaque matériau laminé L(40%) et pour chaque état de surface de l'entaille.

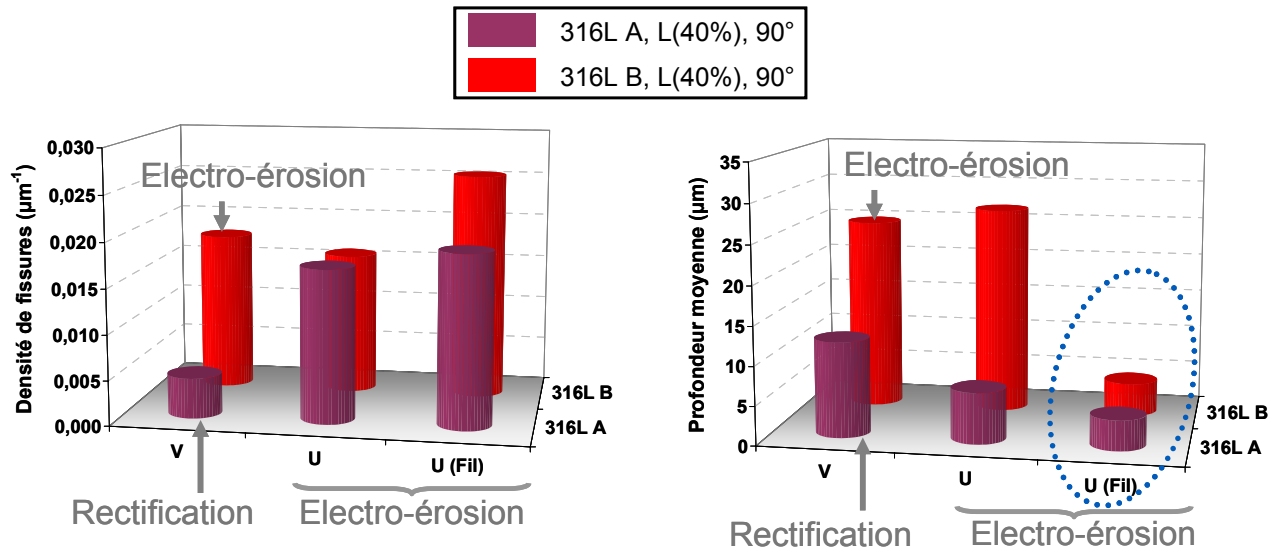


Figure 5-39 : Effet de l'état de surface sur la densité linéique et la profondeur moyenne des amorces. Aciers 316L A et B, pré-déformés par laminage L(40%),  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ , 4400 h

#### 5.4.3.1.1 4400h, $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} \approx 2,05$

Il apparaît sur la Figure 5-39 que la préparation de la surface en fond d'entaille en U induit peu d'effet sur la densité de fissures pour l'acier 316L A L(40%). Par contre, la densité de fissure est plus élevée pour l'acier 316L B L(40%) lorsque la surface en fond d'entaille a été préparée au fil diamanté avant essai. Pour l'acier 316L A, les profondeurs moyennes, inférieures à la dizaine de microns (7  $\mu\text{m}$  sans fil, 4  $\mu\text{m}$  avec fil), ne sont pas significativement différentes et ne permettent donc pas de démontrer un effet du passage du fil diamanté sur la profondeur moyenne des fissures. Par contre, le passage du fil diamanté a un fort effet sur la profondeur moyenne des fissures pour l'acier 316L B. Pour une entaille en U sans passage du fil diamanté, la profondeur moyenne observée pour l'acier 316L B est de 27  $\mu\text{m}$ . Si un fil diamanté a été passé avant essai, la profondeur moyenne chute à 4  $\mu\text{m}$  seulement.

Le passage du fil diamanté avant essai induit de fait un écrouissage superficiel. La présence d'une couche écrouie entraîne une surestimation du niveau de chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$ . On rappelle que l'étude sur matériaux pré-déformés par traction a montré que l'effet de la contrainte, dans une gamme de variation limitée, est mineur pour les premiers stades de l'amorçage, pour lesquels c'est surtout la durée d'essai qui influe sur la densité linéique de fissures. La contrainte devient le paramètre prépondérant dès lors qu'une fissure se singularise et que sa profondeur s'accroît, ce qui explique les différences observées pour l'acier 316L B, entre les entailles en U sans passage du fil diamanté et les entailles en U avec passage du fil diamanté. Pour les aciers 316L A et B, l'histogramme des distributions des profondeurs de fissures est resserré pour les entailles en U avec passage du fil (Figure 5-40 et Figure 5-41). Par contre, un étalement de la distribution reste alors modeste pour les entailles en U sans passage du fil. L'amplitude de la distribution reste alors modeste pour l'acier 316L A (15  $\mu\text{m}$ ) alors qu'elle atteint 109  $\mu\text{m}$  pour l'acier 316L B, ce qui est significativement supérieur à ce qui été observé sur les histogrammes précédents (facteur 10), Tableau 5-13.

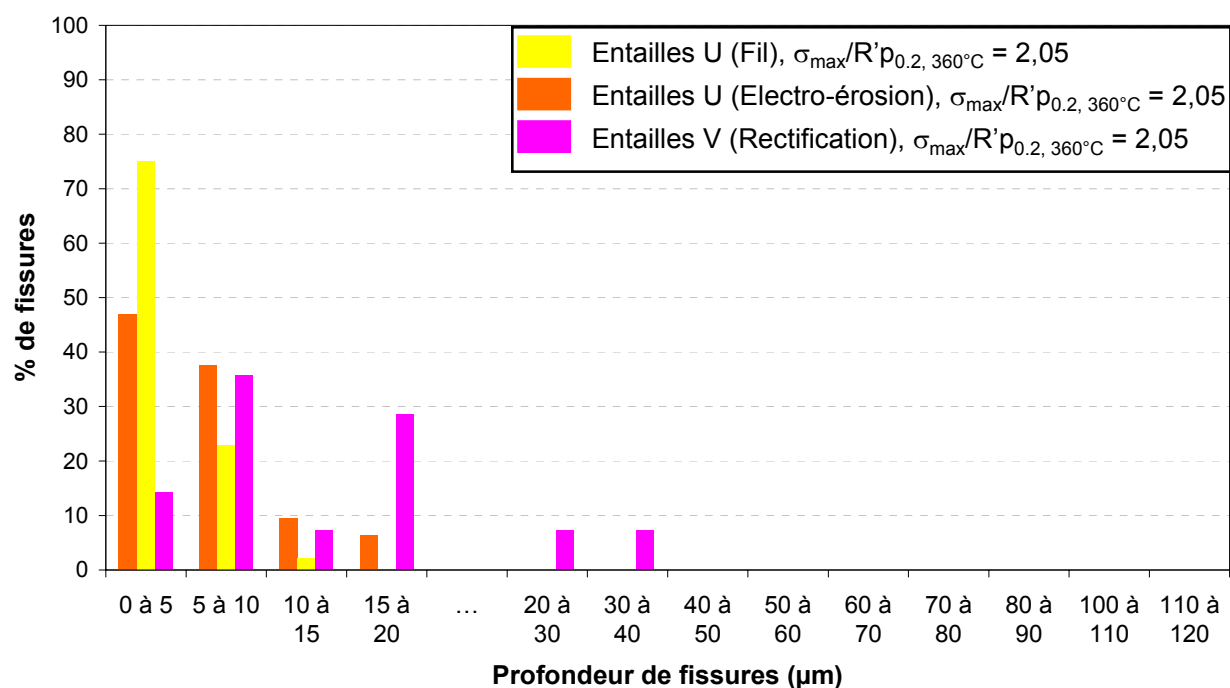


Figure 5-40 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique.  
Eprouvettes 1617L40T1-2, acier 316L A, L(40%), 4400 h

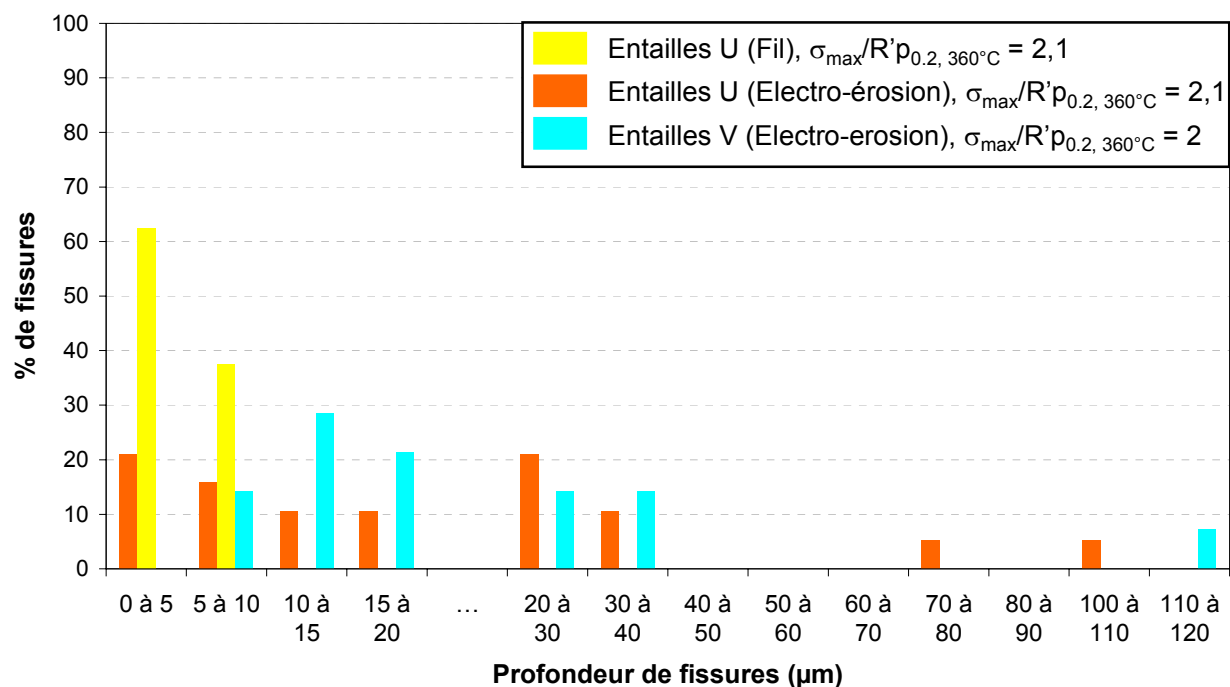


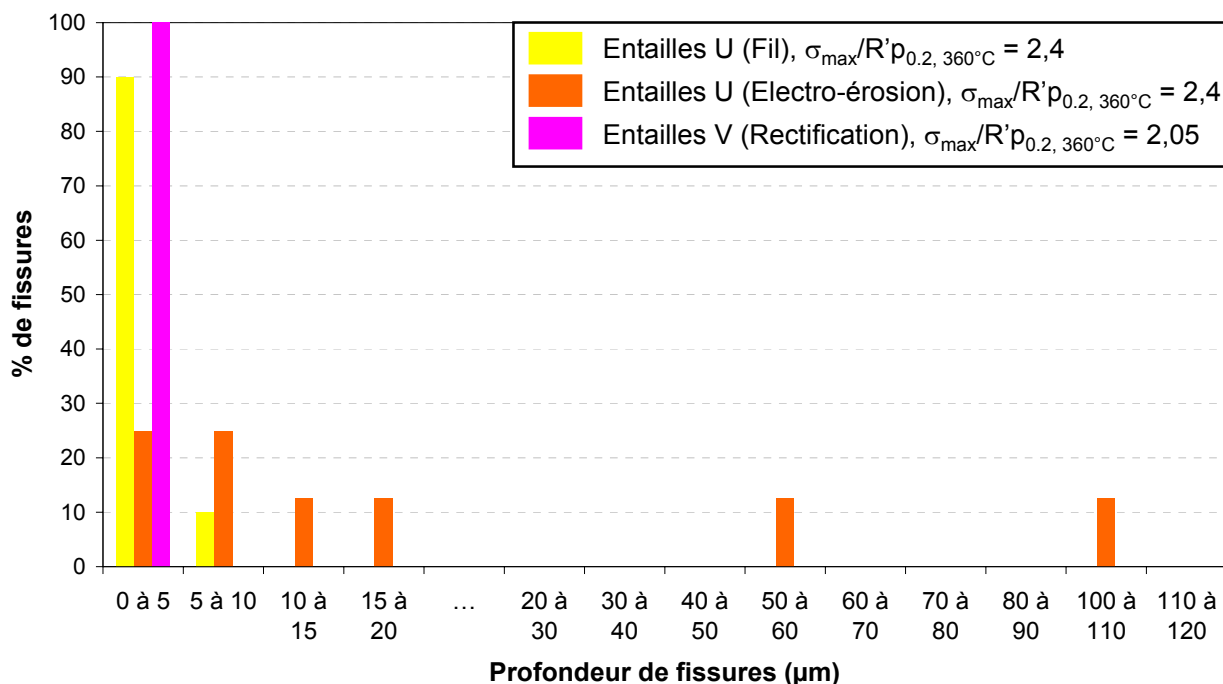
Figure 5-41 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique.  
Eprouvettes 1617L40CEA1-2, acier 316L B, L(40%), 4400 h

**Tableau 5-13 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures. Eprouvettes 1617L40T1-2 et 1617L40CEA1-2, L(40%), 90°, 4400 h**

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart type ( $\mu\text{m}$ )	Amplitude de la distribution ( $\mu\text{m}$ )
316L A L(40%)	U	2,05	4400	7	4	15
	U (Fil)	2,05		4	2	10
	V	2,05		12	9	29
316L B L(40%)	U	2,1		27	28	100
	U(Fil)	2,1		4	2	7
	V	2		25	28	109

#### 5.4.3.1.2 1400h, $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} \approx 2,4$

L'effet de la préparation de surface au fil diamanté est vérifié sur l'acier 316L A, L(40%) soumis à un chargement élevé pendant 1400 h. L'amplitude de l'histogramme de distribution des profondeurs de fissures (Figure 5-42, Tableau 5-14) révèle un amorçage de fissures de CSC suivi d'une phase de propagation pour la configuration d'entaille en U sans fil diamanté : une fissure de 100  $\mu\text{m}$  a ainsi été observée. Par contre, pour les entailles en U avec passage d'un fil diamanté dites U(Fil), seule la possibilité d'amorcer en 1400 h est avérée sous chargement relatif de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,4$  : les amorces observées sont rares et courtes.



**Figure 5-42 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprouvettes 1617L40T3-4, acier 316L A, L(40%), 1400 h**

**Tableau 5-14 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures. Eprouvettes 1617L40T3-4, acier 316L A, L(40%), 1400h**

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart type ( $\mu\text{m}$ )	Amplitude de la distribution ( $\mu\text{m}$ )
316L A L(40%)	U	2,4	1400	26	35	96
	U (Fil)	2,4		3	2	6
	V	2,05		2,6	-	-

Toutefois, une forte dispersion est observée sur les résultats obtenus sur les entailles en U avec ou sans préparation au fil diamanté. Cette dispersion est particulièrement importante en termes de densité linéique pour les entailles en U avec passage du fil (Figure 5-43). Une dispersion est également observée en termes de profondeur maximale de fissures (Figure 5-44) pour les états de surface après passage du fil. Toutefois, les profondeurs observées sont courtes ( $< 10 \mu\text{m}$ ). Pour les entailles en U sans passage du fil, les densités de fissures obtenues sont similaires pour les deux entailles testées. Par contre, une seule des deux entailles a donné lieu à de profondes amorces (profondeur maximale observée de  $100 \mu\text{m}$ ). La profondeur maximale observée pour la deuxième entaille, strictement identique, est de seulement  $5 \mu\text{m}$ . Il est nécessaire de garder en mémoire la nature statistique de l'amorçage qui nécessite de répéter les essais pour arriver à des conclusions robustes.

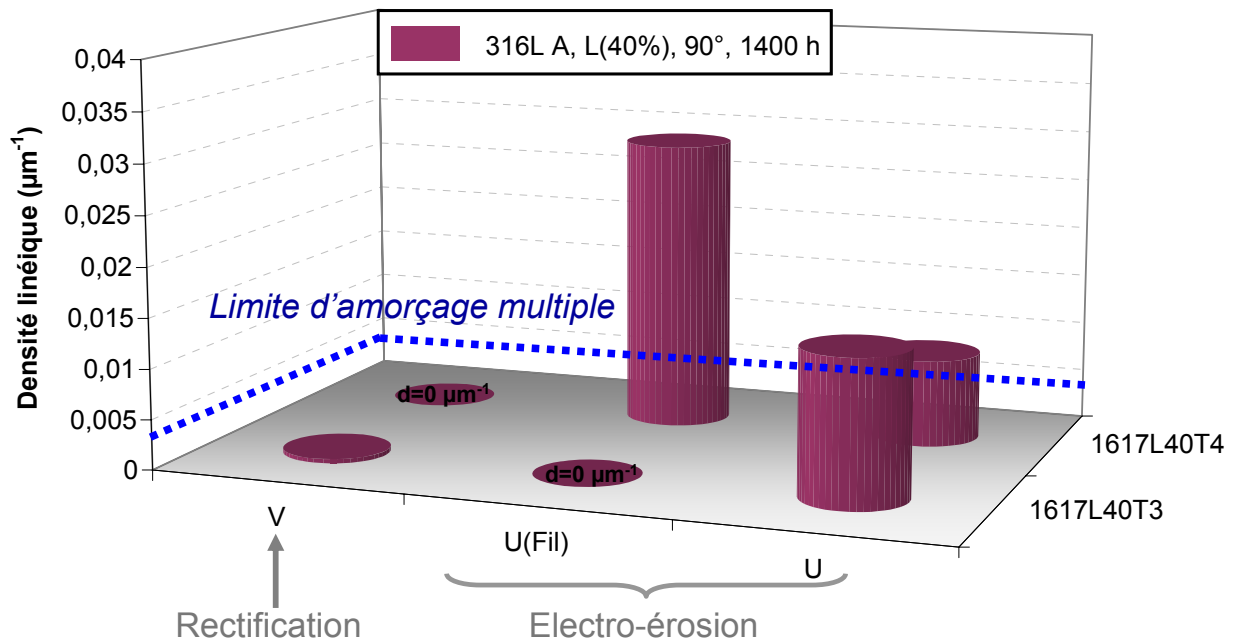


Figure 5-43 : Effet de l'état de surface sur la densité linéique - Epruvettes 1617L40T3-4, acier 316L A, L(40%),  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$  pour les entailles en V,  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,4$  pour les entailles en U, 1400 h

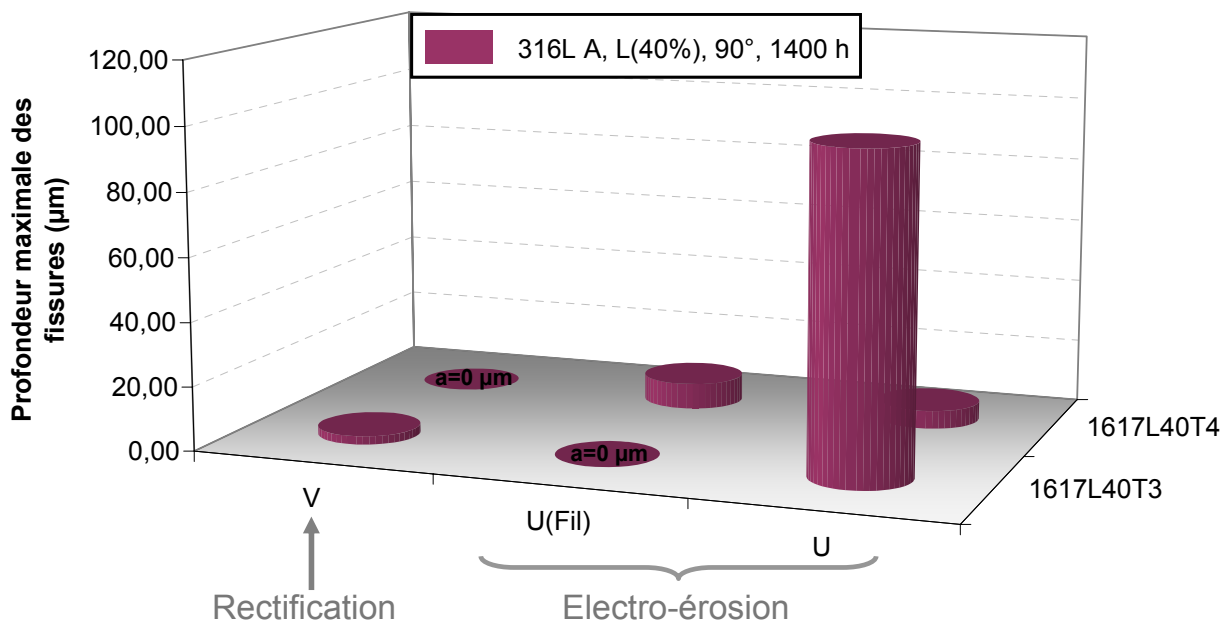


Figure 5-44 : Effet de l'état de surface sur la profondeur maximale des fissures - Epruvettes 1617L40T3 et 4, acier 316L A, L(40%),  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$  pour les entailles en V,  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,4$  pour les entailles en U, 1400 h

#### 5.4.3.1.3 Géométrie de l'entaille : U vs V

Pour l'acier 316L B, toutes les entailles ont été usinées par électro-érosion. Les états de surface sont donc comparables pour les entailles en V et les entailles en U sans préparation au fil diamanté (entailles dites A). Pour 4400 h, les niveaux de chargement relatifs sont comparables. On a donc accès à l'effet de la géométrie de l'entaille. Aucun effet n'est observé sur la densité de fissures (Figure 5-39). Les profondeurs moyennes obtenues sont comparables : 25  $\mu\text{m}$  pour les entailles en V contre 27  $\mu\text{m}$  pour les entailles en U (sans fil). L'histogramme de distribution des profondeurs révèle des amplitudes de distribution comparables (Figure 5-41). Le taux de triaxialité des contraintes est plus élevé pour les entailles en U que pour les entailles en V ( $\tau_{A/B} = 1,5$  et  $\tau_V = 1,4$ ), ce qui confirme qu'il ne s'agit pas du paramètre qui gouverne l'amorçage (Couvant 2004b).

#### 5.4.3.1.4 Procédé d'usinage : électro-érosion vs rectification

Pour l'acier 316L A, toutes les entailles en V ont été usinées par rectification et toutes les entailles en U ont été usinées par électro-érosion, avec éventuellement passage d'un fil diamanté. L'effet du procédé d'usinage est accessible par analyse des résultats obtenus sur cet acier testé sous chargement  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$  pendant 4400 h, chacune des entailles ayant été soumise au même chargement.

Pour l'acier 316L A, les fissures observées sont moins nombreuses (densité linéique plus faible) mais plus profondes pour l'entaille en V que pour l'entaille en U que ce soit avec ou sans passage du fil (Figure 5-39). La différence est peu marquée en termes de profondeur moyenne (12  $\mu\text{m}$  pour l'entaille en V contre 7  $\mu\text{m}$  pour l'entaille en U sans fil). Par contre, la profondeur maximale de fissure pour l'entaille en V est le double de celle observée pour l'entaille en U (sans fil) soit respectivement une profondeur de 31  $\mu\text{m}$  et de 16  $\mu\text{m}$ . L'amplitude de la distribution des profondeurs est deux fois plus importante pour l'entaille en V que pour l'entaille en U (sans fil). La valeur de l'écart-type passe également du simple au double entre une entaille en U (sans fil) et une entaille en V (Tableau 5-13). Les différences constatées sont plutôt dues au procédé d'usinage qu'à la répartition des contraintes en fond d'entaille. Nous avons vu précédemment que la préparation de surface des entailles avec passage d'un fil diamanté ne modifie pas la densité de fissures obtenues mais agit sur la profondeur des défauts créés. Un usinage par rectification génère moins de fissures qu'un usinage par électro-érosion, mais les fissures sont plus profondes.

#### 5.4.3.1.5 Conclusion

Dans la première partie de cette étude (304L et 316L A pré-déformés par traction), toutes les entailles étaient identiques. Il s'agissait d'entailles en U, usinées par électro-érosion suivie du passage d'un fil diamanté. Pour comparer nos données à celles du CEA, des essais ont été réalisés sur des aciers de type 316L laminés jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur. La principale différence entre les deux séries d'essais porte sur le niveau de pré-déformation retenu. Toutefois, les essais réalisés au CEA présentaient d'autres différences : la géométrie de l'entaille (V) et la méthode d'usinage (rectification).

Nous avons montré que, pour un même niveau de chargement en fond d'entaille, la géométrie de l'entaille (U ou V) joue faiblement sur la sensibilité à la CSC à partir du moment où ces entailles sont usinées de la même façon. Par contre, le procédé d'usinage et la finition de surface ont un effet sur la densité et la profondeur des fissures. Ainsi la rectification conduit à des profondeurs de fissures plus élevées que l'électro-érosion et des densités de fissures plus faibles. Le passage du fil diamanté, quant à lui limite la propagation des fissures alors que la densité de fissures ne varie que peu voire pas du tout.

Ces conclusions apportent un éclairage nouveau aux précédents résultats obtenus sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction. Elles démontrent que les différences de sensibilité à l'amorçage des fissures de CSC jusque-là observées entre les résultats des laboratoires d'EDF et du CEA ne sont pas dues à la géométrie de l'entaille (U vs V) mais que l'état de surface des entailles utilisées pour les aciers pré-déformés par traction a pu ralentir l'apparition des défauts, en lien avec une augmentation de l'écrouissage superficiel. En effet, seules des fissures très courtes ont été observées sur les états pré-déformés par traction. La méthode d'usinage par électro-érosion et la préparation de surface au fil diamanté ont pu augmenter la durée nécessaire à l'observation de défauts significativement profonds. Toutefois, le couple électro-érosion / fil diamanté, choisi pour les premiers essais sur matériaux pré-déformés par traction, est plus favorable à une densité de fissures élevée que la rectification, et la finition de surface, pour les entailles en U, influe peu sur la densité de défauts créés lors de l'essai.

On retiendra que :

- les faibles profondeurs observées sur les matériaux pré-tractionnés suite à un amorçage multiple pourraient être imputées au procédé d'usinage et au passage du fil diamanté. Des investigations complémentaires sont nécessaires pour expliquer ce phénomène.
- la zone d'amorçage critique n'est pas remise en question. Ni la méthode d'usinage ni la préparation au fil diamanté n'expliquent la faible densité de fissures observée.
- la comparaison des profondeurs maximales obtenues dans cette étude avec les données disponibles dans la littérature doit être faite avec précaution. Les méthodes d'usinage (électro-érosion vs rectification) ont un effet important sur les résultats en termes de profondeurs de fissures. Des investigations complémentaires sont, une nouvelle fois, nécessaires pour expliquer ce phénomène.

Dans la suite, les entailles en U, avec ou sans passage du fil diamanté seront regroupées et considérées en première approximation comme appartenant à la même population (Figure 5-43 et Figure 5-44). En effet, bien que l'effet du fil diamanté soit étayé, la dispersion inhérente aux résultats expérimentaux sur l'amorçage ne permet pas de raffiner l'analyse des principaux paramètres (contrainte, durée, pré-déformation) en séparant deux populations d'entailles en U. Le détail des résultats d'amorçage, après réunion des populations d'entailles en U est donné au Tableau 5-15. Les résultats intégrant les pénétrations d'oxyde sont également présentés dans le Tableau 5-16.

**Tableau 5-15 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%) - Dépouillement intégrant uniquement les amorces**

Amorces																	
Eprouvettes	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Nombre d'éprouvettes	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre de fissures	$a_{max}$ ( $\mu m$ )	Densité moyenne ( $\mu m^{-1}$ )	Profondeur moyenne des fissures ( $\mu m$ )	Critère global
1617L40T1-2	316L A	L(40%)	0,60	90°	570	4400 avec interruption à 1400	2	V	1180	2,05	Amorçage	8	14	31	0,0045	12	0,763
								U	1160	2,05		14	80	16	0,0182	5	7,166
1617L40CEA1-2	316L B		0,60		709 à 340°C		2	V	1420	2,00		2	14	114	0,0178	25	6,198
								U	1500	2,10		8	52	101	0,0207	13	13,910
1617L40T3-4	316L A	L(40%)	0,60	90°	570	1400	2	V	1170	2,05	Amorçage	8	1	3	0,0003	3	0,001
								U	1380	2,40		12	18	100	0,0087	13	2,045

**Tableau 5-16 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%) - Dépouillement intégrant les amorces et les pénétrations d'oxyde**

Amorces et pénétrations d'oxyde																	
	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Nombre d'éprouvettes	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre de fissures	$a_{max}$ ( $\mu m$ )	Densité moyenne ( $\mu m^{-1}$ )	Longueur moyenne des fissures	Critère global
1617L40T1-2	316L A	L(40%)	0,60	90°	570	4400 avec interruption à 1400	2	V	1180	2,05	Amorçage	8	14	31	0,0045	12	0,763
								U	1160	2,05		14	107	16	0,0243	4	11,452
1617L40CEA1-2	316L B		0,60		709 à 340°C		2	V	1420	2,00		2	15	114	0,0191	24	6,740
								U	1500	2,10		8	58	101	0,0231	12	16,130
1617L40T3-4	316L A	L(40%)	0,60	90°	570	1400	2	V	1170	2,05	Amorçage	8	3	3	0,0010	2	0,005
								U	1380	2,40		12	29	100	0,0140	9	3,603



### 5.4.3.2. Effet de la contrainte et de la durée

La possibilité d'amorcer en 1400 h est avérée sous un chargement de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$ . Les amorces sont toutefois peu profondes : la profondeur maximale dépasse de peu la limite de détection des défauts de 1  $\mu\text{m}$  précédemment retenue (Figure 5-45a) pour un état rectifié. La densité de fissures est très inférieure au critère d'amorçage multiple (Figure 5-46). Leur faible densité et profondeur les rendent difficiles à observer par la méthode de coupe. Si la durée d'essai est prolongée jusqu'à 4400 h, des amorces nombreuses et profondes sont observées. La densité de fissures est alors supérieure à la densité limite d'amorçage multiple, et la profondeur maximale de fissures observée est très significative (16  $\mu\text{m}$  pour les entailles usinées par électro-érosion avec ou sans passage d'un fil et 31  $\mu\text{m}$  pour un état brut de rectification).

Par contre, pour un chargement de  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,40$  pendant 1400 h, un amorçage de fissures de CSC suivi d'une phase de propagation a été observé : une fissure intragranulaire d'une profondeur maximale de 100  $\mu\text{m}$  a ainsi été observée sur une entaille usinée par électro-érosion (Figure 5-45b). Les évolutions en termes de densité linéique et de profondeurs maximales de fissures sont donc dues aux effets conjoints de la contrainte et de l'état de surface en fond d'entaille. Toutefois, nous avons montré que l'état de surface brut de rectification est plus favorable à la propagation des fissures. La comparaison des profondeurs maximales obtenues en 1400 h (Figure 5-47) met donc en évidence un fort effet de la contrainte sur la profondeur des amorces. Par contre, un état rectifié génère de plus faibles densités de fissures qu'un état électro-érodé (avec ou sans fil). A durée d'essai égale, l'effet de la contrainte sur la densité de fissures est donc à relativiser (Figure 5-46).

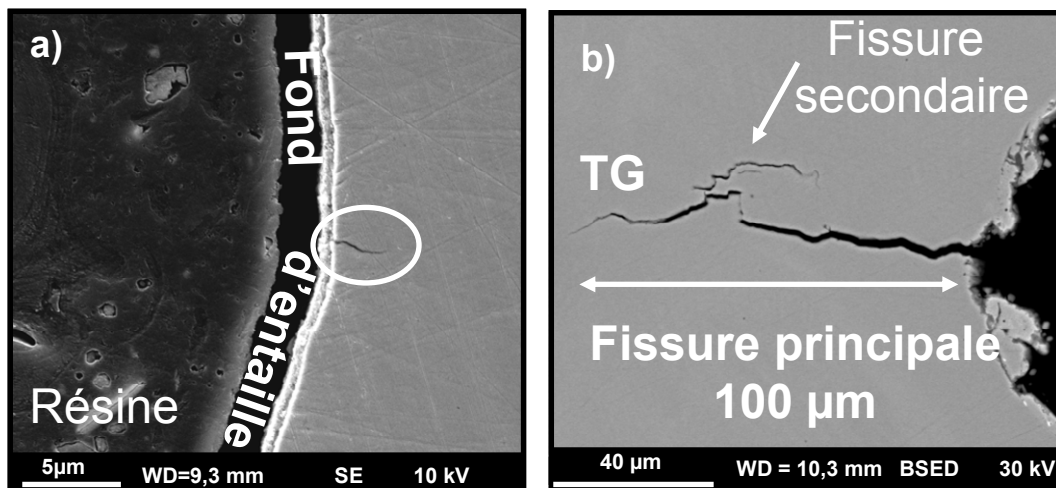


Figure 5-45 : Observations au MEB des amorces de profondeurs maximales. Acier 316L A, L(40%), 1400h, 360°C

a)  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$ , b)  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,4$

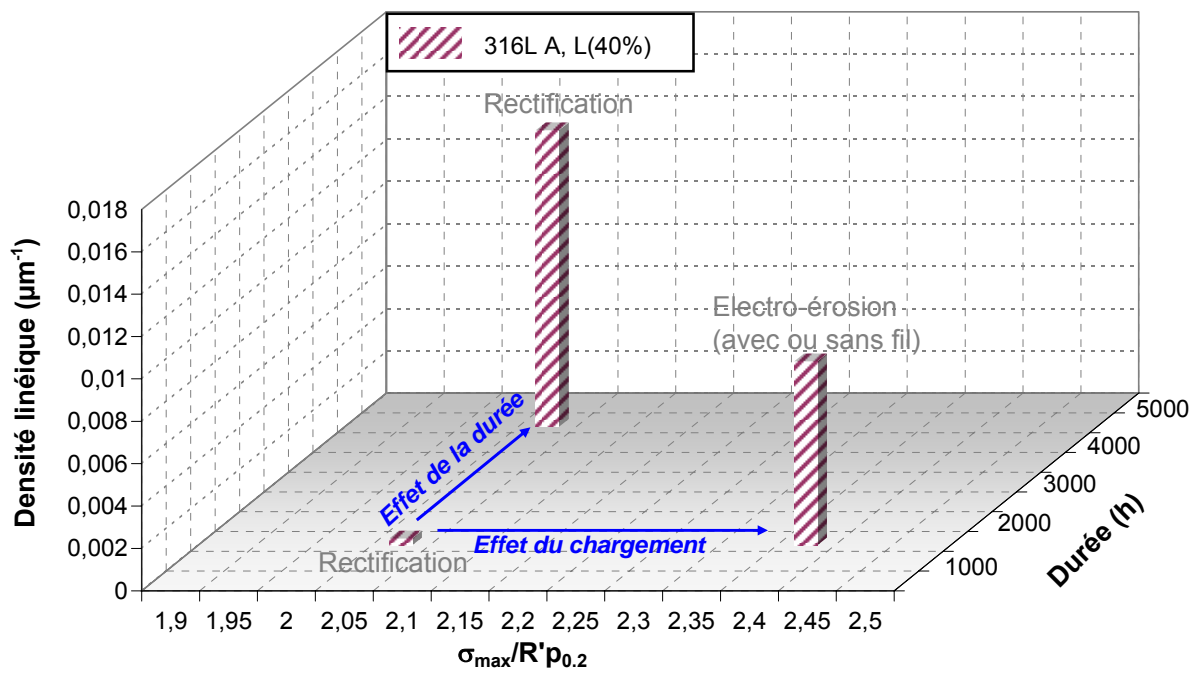


Figure 5-46 : Effet du chargement et de la durée sur la densité linéique des amorces. Acier 316L A, L(40%)

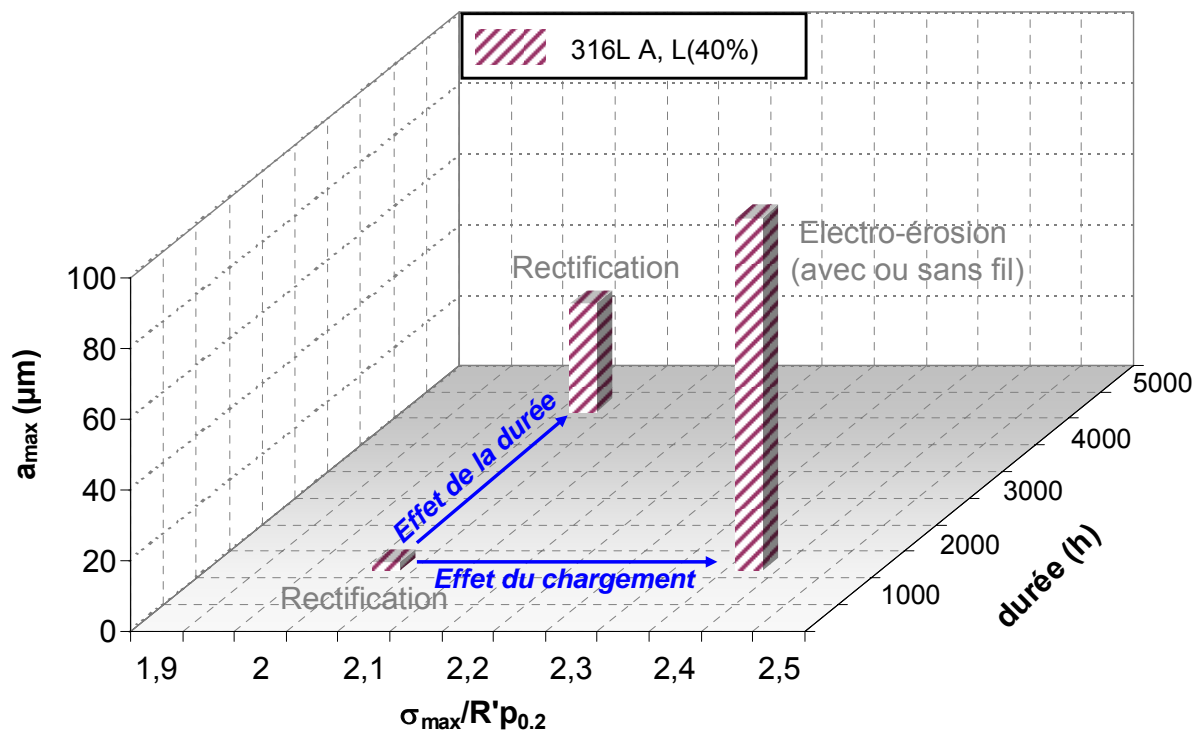


Figure 5-47 : Effet du chargement et de la durée sur la profondeur maximale des amorces. Acier 316L A, L(40%)

On vérifie, pour l'acier 316L A laminé, que la durée a un effet prédominant sur la densité de fissures tandis que le niveau de chargement a surtout un effet sur la profondeur maximale des fissures.

### 5.4.3.3. Effet matériau

D'après les observations de surfaces effectuées au bout de 1400 h d'essai pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ , l'amorçage semble apparaître plus précocement pour l'acier 316L A que pour l'acier 316L B (Figure 5-36 et Figure 5-37). Par contre, au bout de 4400 h, pour ces mêmes éprouvettes, les fissures sont plus profondes pour l'acier 316L B (Tableau 5-15).

On observe peu de différences en termes de densité linéique entre les aciers 316L A et B (Figure 5-39a) à état de surface équivalent. Par contre l'amplitude de la distribution pour l'acier 316 L B est plus de deux fois supérieure à celle observée pour l'acier 316L A, quel que soit l'état de surface (Figure 5-48, Figure 5-49, Tableau 5-17).

La taille de défaut critique qui est associée à la transition propagation lente / propagation rapide dans les aciers inoxydables est estimée à 50  $\mu\text{m}$  à partir d'une série d'essais de traction lente effectués sur l'acier 304L à l'état de réception. On rappelle qu'une étude en cours sur l'alliage 600 conclut à la diminution de la taille de défaut critique avec l'écrouissage. La profondeur de défaut critique avant entrée dans le domaine de propagation rapide serait donc au plus de 50  $\mu\text{m}$ , et éventuellement très inférieure. Des fissures de 100  $\mu\text{m}$  (ou plus) étant observées dans l'acier 316L B en 4400 h sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ , cela signifie que le stade de propagation rapide a été franchi pour ce matériau.

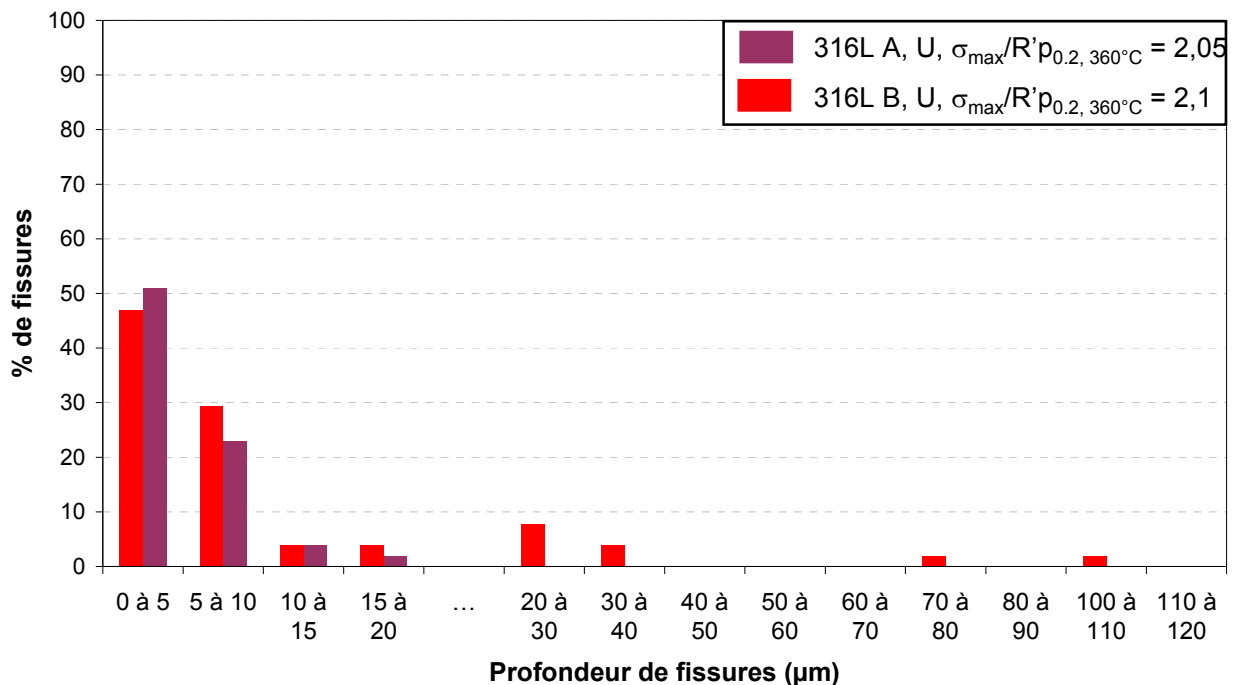


Figure 5-48 : Effet du matériau sur la distribution des profondeurs de fissures, aciers 316L A et B, L(40%), 4400 h, entailles en U

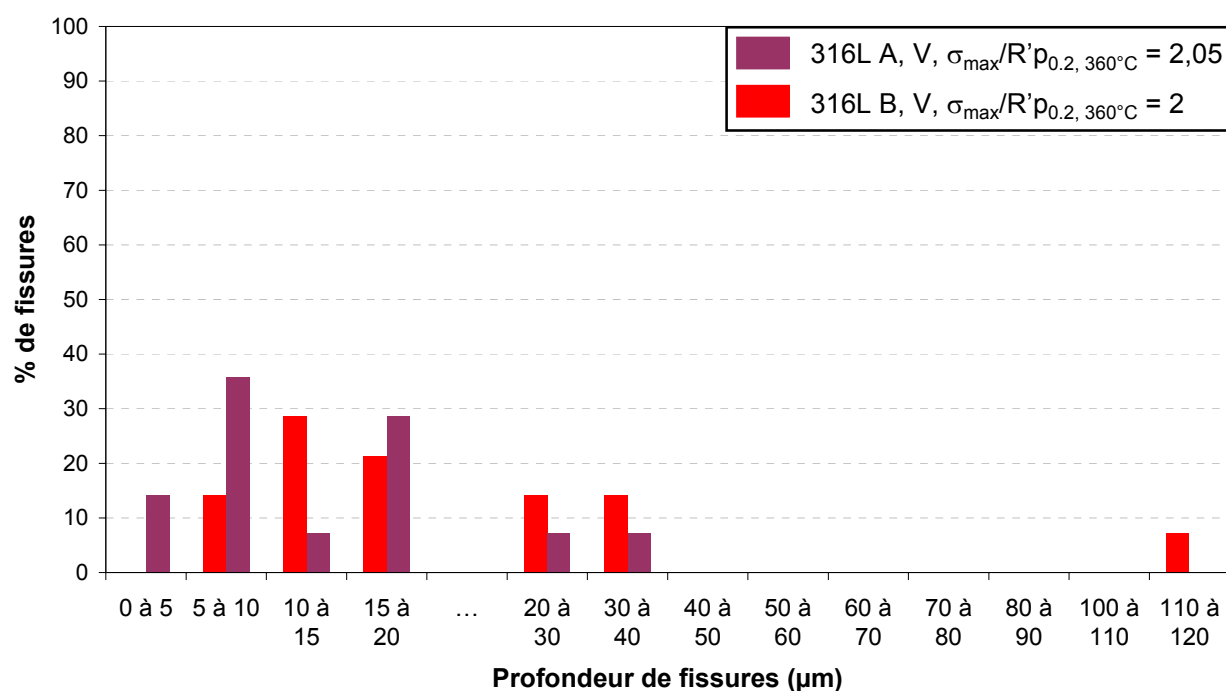


Figure 5-49 : Effet du matériau sur la distribution des profondeurs de fissures, aciers 316L A et B, L(40%), 4400 h, entaillés en V

Tableau 5-17 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures, aciers 316L A et B, L(40%), 4400h

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne (µm)	Ecart type (µm)	Amplitude de la distribution (µm)
316L A L(40%)	U (A et B)	2,05	4400	5	4	15
	V	2,05		12	9	29
316L B L(40%)	U (A et B)	2,1		13	21	100
	V	2		25	28	109

Ces différences de sensibilité, probablement plus associées à un effet de propagation (dans le domaine lent) qu'à un effet d'amorçage, pourraient être dues :

- soit aux différences de composition chimique qui vont par exemple modifier l'énergie de défaut d'empilement du matériau,
- soit au nombre de passes de laminage très différent qui a été réalisé sur les deux matériaux et qui induit des différences en termes de trajet de chargement. L'écrouissage résultant n'est d'ailleurs pas équivalent.

Pour déconvoluer les effets associés aux matériaux et / ou aux chemins de déformation, d'autres essais ont été réalisés sur les aciers 316L A et B, avec un pré-écrouissage par traction réalisé dans des conditions strictement similaires pour les deux aciers.

## 5.5. Sensibilité comparée des aciers 316L A et B à l'amorçage des fissures de CSC après une pré-déformation par traction T(36%)

Les aciers 316L A et 316L B sont étudiés après une pré-déformation par traction T(36%), correspondant à un allongement de 36% réalisé sur barreau à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Le prélèvement des éprouvettes est réalisé à  $90^\circ$  de la direction de pré-déformation. Ainsi le trajet de chargement est identique pour les deux matériaux, ce qui permettra de mettre en évidence un éventuel effet «matériau».

### 5.5.1. Paramètres testés

Les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%) sont soumis pendant 3000 h à deux couples de chargement mécanique relatif :  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,1$  ou  $2,2$  pour l'acier 316L B et  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,3$  et  $2,4$  pour l'acier 316L A. Les résultats obtenus seront complémentaires des premiers essais réalisés sur l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%),  $90^\circ$ . On rappelle que les premiers micromètres d'amorçage avaient pu être observés pour cet acier en 2300 h sous un chargement relatif caractérisé par  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,1$  et  $2,35$ .

Des essais sont également réalisés dans le domaine des temps courts-contraintes relatives élevées ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$  au maximum) pour étudier la possibilité d'amorcer en 1400 h.

Le Tableau 5-18 présente les paramètres testés pour les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%).

**Tableau 5-18 : Matrice des essais pour les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction**

Pré-déformation		T(36%)		
Angle de prélèvement $\alpha$		$90^\circ$		
316L A	$\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$	2,1 et 2,35	2,3 et 2,4	2,25 et 2,45
	Eprouvettes	1510TT1 et 2	1617T36T1 et 2	1617T36T3 et 4
316L B	$\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$	-	2,10 et 2,2	2,25 et 2,45
	Eprouvettes	-	1617TCEA36T1 et 2	1617TCEA36T3 et 4
durée d'essai (h)		2300	3000	1400

Pour les essais de cette nouvelle campagne (colonnes non grisées du tableau), les éprouvettes sont toutes de géométrie type TRC et portent chacune trois entailles périphériques : deux entailles en U et une entaille en V centrale d'ouverture angulaire  $60^\circ$  et de rayon en fond d'entaille  $r_0=0,125$  mm. Les entailles en V ont toutes été usinées par rectification. Les entailles en U ont été usinées par électro-érosion. Pour l'essai de durée 3000 h, toutes les entailles en U ont reçu une finition au fil diamanté. Pour l'essai de durée 1400 h, une partie des entailles en U a été testée avec un état de surface brut d'électro-érosion.

La profondeur des entailles varie d'un matériau à l'autre pour accommoder les différences importantes en termes de propriétés mécaniques.

### 5.5.2. Résultats sur matériaux pré-déformés par traction

Le détail des résultats d'amorçage est présenté dans le Tableau 5-19. On retiendra que l'amorçage est possible pour les matériaux pré-déformés par traction aux temps courts (1400 h), sous réserve que la contrainte soit élevée (chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} > 2,25$ ). Si le chargement relatif appliqué est suffisamment élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$ ), la propagation rapide des fissures peut même être observée. Le détail des résultats intégrant les pénétrations d'oxyde est également présenté (Tableau 5-20). Les résultats détaillés par couple chargement / états de surface sont synthétisés Tableau 5-21.

**Tableau 5-19 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction T(36%) - Dépouillement intégrant uniquement les amorces**

Amorces																	
Eprouvettes	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Nombre d'éprouvettes	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre de fissures	$a_{max}$ (μm)	Densité moyenne (μm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures (μm)	Critère global
1617T36T3-4	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	3000	2	V	1100	2,30	Amorçage	4	7	17	0,0045	7	0,226
								U	1140	2,40		8	24	8	0,0095	4	0,901
1617TCEA36T3-4	316L B							V	1040	2,10		2	3	36	0,0038	17	0,191
								U	1100	2,20		8	12	19	0,0048	9	0,539
1617T36T1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	1400	2	V	1080	2,25	Amorçage	10	7	8	0,0018	4	0,045
								U	1160	2,45		18	21	64	0,0068	16	2,284
1617TCEA36T1-2	316L B							V	1120	2,25		8	10	12	0,0032	4	0,120
								U	1220	2,45		18	22	52	0,0071	7	1,151

**Tableau 5-20 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction T(36%) - Dépouillement intégrant les amorces et les pénétrations d'oxyde**

Amorces et pénétrations d'oxyde																	
	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Nombre d'éprouvettes	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations	Nombre fissures	$a_{max}$ (μm)	Densité moyenne (μm <sup>-1</sup> )	Longueur moyenne des fissures	Critère global
1617T36T3-4	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	3000	2	V	1100	2,30	Amorçage	4	12	17	0,0076	5	0,495
								U	1140	2,40		8	33	8	0,0131	3	1,495
1617TCEA36T3-4	316L B							V	1040	2,10		2	4	36	0,0051	14	0,283
								U	1100	2,20		8	18	19	0,0072	7	0,922
1617T36T1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	1400	2	V	1080	2,25	Amorçage	10	13	8	0,0033	2	0,100
								U	1160	2,45		18	33	64	0,0106	11	3,861
1617TCEA36T1-2	316L B							V	1120	2,25		8	14	12	0,0045	3	0,204
								U	1220	2,45		18	35	52	0,0113	6	2,195

**Tableau 5-21 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%). Détail par état de surface en fond d'entaille - Dépouillement intégrant uniquement les amorces**

Amorces																
Eprouvettes	316L	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	Entaille et état de surface	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Résultats	Nombre d'observations réalisées	Nombre de fissures	$a_{max}$ (μm)	Densité moyenne (μm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures (μm)	Critère global
1617T36T1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	1400	V	V : Rectifié	2,25	Amorçage	10	7	8	0,0018	4	0,045
							A = U (Fil)	A : Fil diamanté	2,45		6	9	4	0,0087	2	0,165
							B = U	B : Electro-érosion	2,45		12	12	64	0,0058	27	1,845
1617TCEA36T1-2	316L B	T(36%)	0,31	90°	498	1400	V	V : Rectifié	2,25	Amorçage	8	10	12	0,0032	4	0,120
							A = U (Fil)	A : Fil diamanté	2,45		8	16	12	0,0116	4	0,654
							B = U	B : Electro-érosion	2,45		10	6	52	0,0035	18	0,368



### 5.5.2.1. Effet de l'état de surface

Pour l'essai de durée 1400 h sur les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%), trois états de surface différents ont été testés :

- entailles centrales en V brutes de rectification,
- entailles B en U brutes d'électro-érosion,
- entailles A en U usinées par électro-érosion suivie du passage d'un fil diamanté.

La possibilité d'amorcer pour des temps courts et sous contraintes élevées est confirmée pour les états pré-déformés par traction. Le niveau de chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$  (entaille V, surface brute de rectification) a généré de rares et courtes amorces, pour les deux matériaux, ce qui est cohérent avec les résultats de l'essai de 2300 h pour l'acier 316L A, T(36%), 90°. Le niveau de chargement relatif plus élevé testé en 1400 h ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$ ) a donné lieu à deux populations de résultats suivant l'état de surface en fond d'entaille avant essai de CSC : surface brute d'électro-érosion ou finition au fil diamanté (Figure 5-50, Figure 5-51).

La tendance semble être de former plus d'amorces pour les entailles avec passage du fil diamanté (Figure 5-50) et des amorces plus profondes dans le cas des entailles brutes d'électro-érosion (Figure 5-51). Quel que soit l'état de surface en fond d'entaille, un amorçage multiple est obtenu pour les aciers 316L A et B en 1400 h sous un chargement élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$ ). Toutefois, la préparation de surface au fil diamanté retarde considérablement le franchissement du seuil des 50  $\mu\text{m}$ , qui a été choisi comme limite du domaine de propagation (Figure 5-52, Figure 5-53). On retrouve comme précédemment que l'amorçage et l'entrée dans le domaine de propagation rapide interviennent plus tôt lorsque la surface est brute d'électro-érosion par comparaison à une finition au fil diamanté.

La comparaison des méthodes d'usinage est délicate car les niveaux de chargements relatifs testés sont plus élevés pour les entailles électro-érodées (avec ou sans fil) que pour les entailles rectifiées. Toutefois, les profondeurs maximales de fissures sont plus élevées pour les entailles rectifiées que pour les entailles électro-érodées avec passage du fil (Figure 5-51). Cela tend à confirmer les résultats obtenus sur les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage.

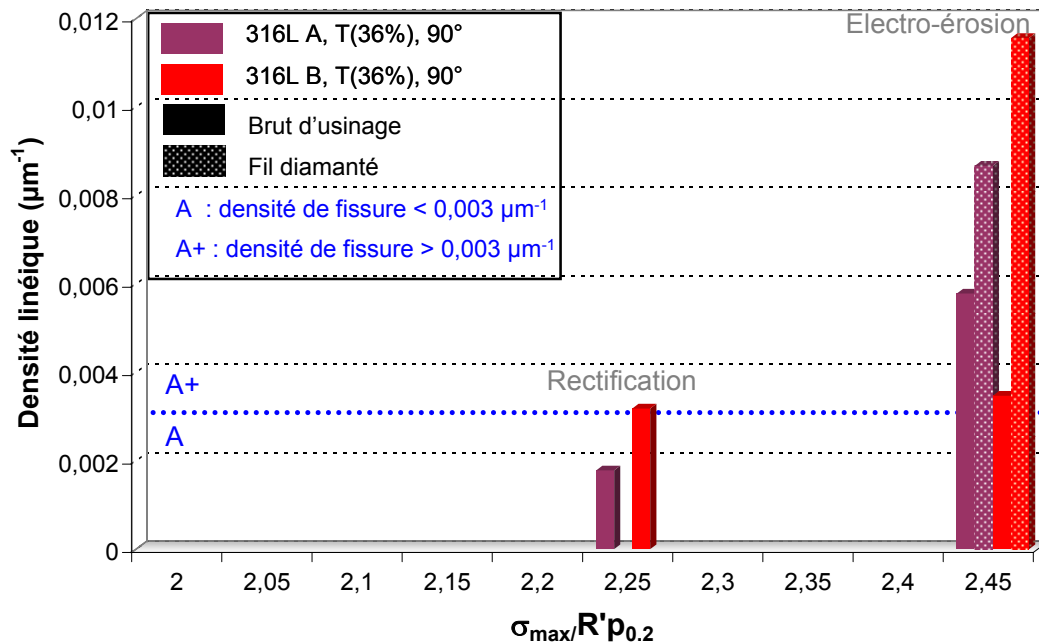


Figure 5-50 : Effet de l'état de surface sur la densité linéique des amorces pour les aciers 316L A et B, T(36%), 1400 h

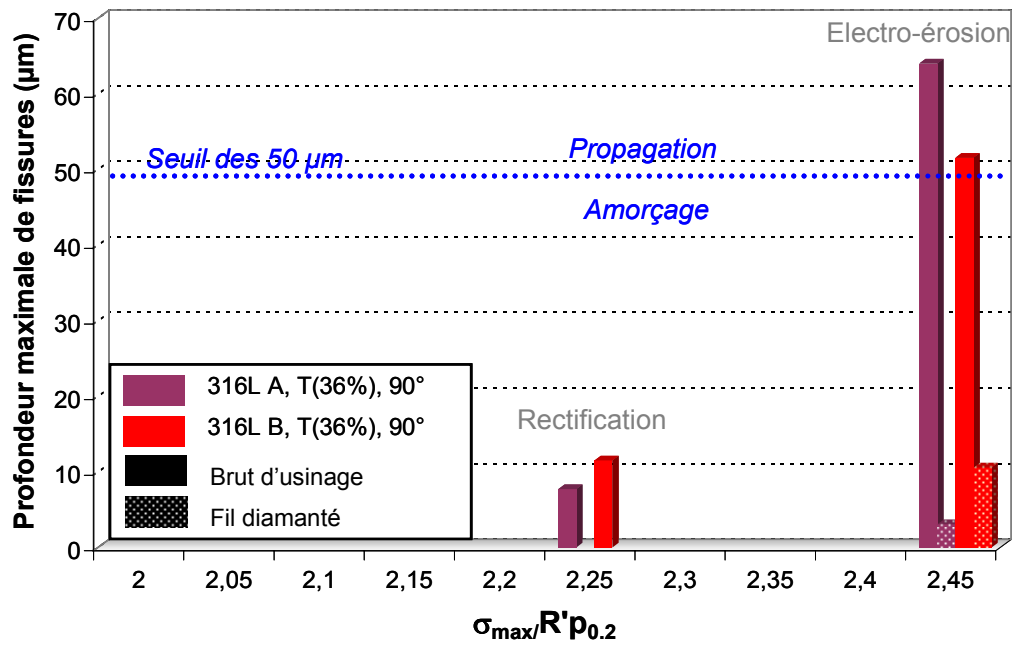


Figure 5-51 : Effet de l'état de surface sur la profondeur maximale des amorces pour deux aciers 316L A et B, T(36%), 1400 h

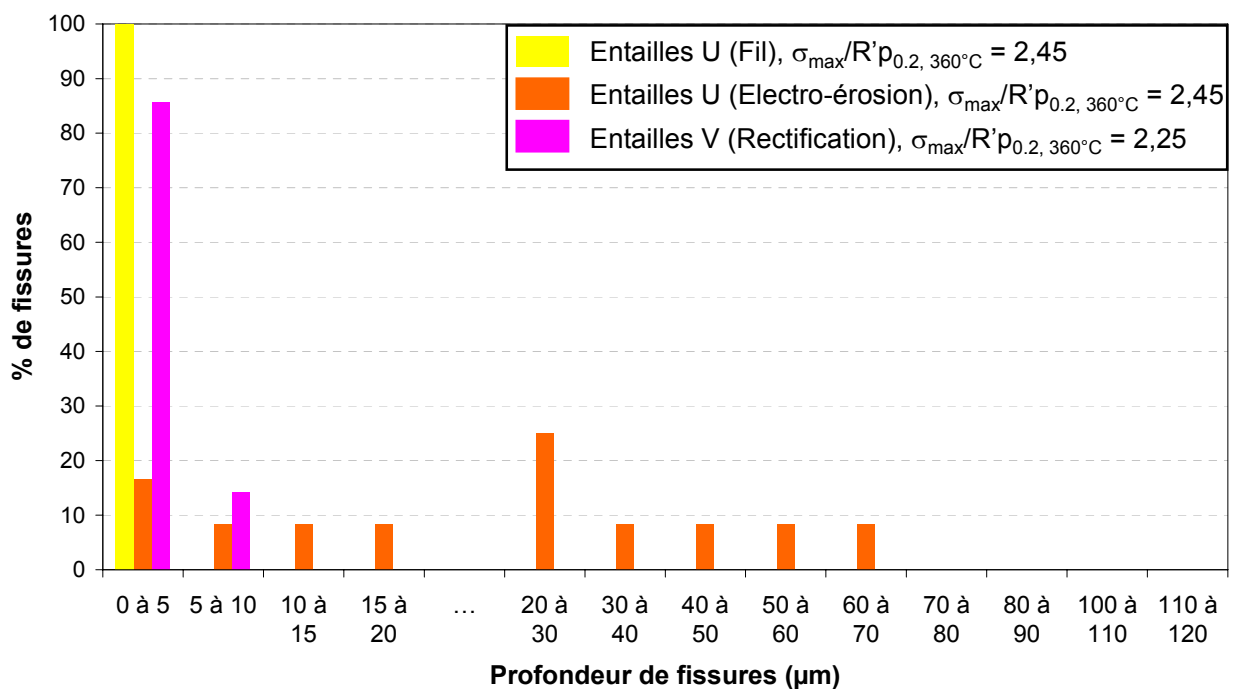


Figure 5-52 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique. Eprovettes 1617T36T1-2, acier 316L A, T(36%), 1400 h

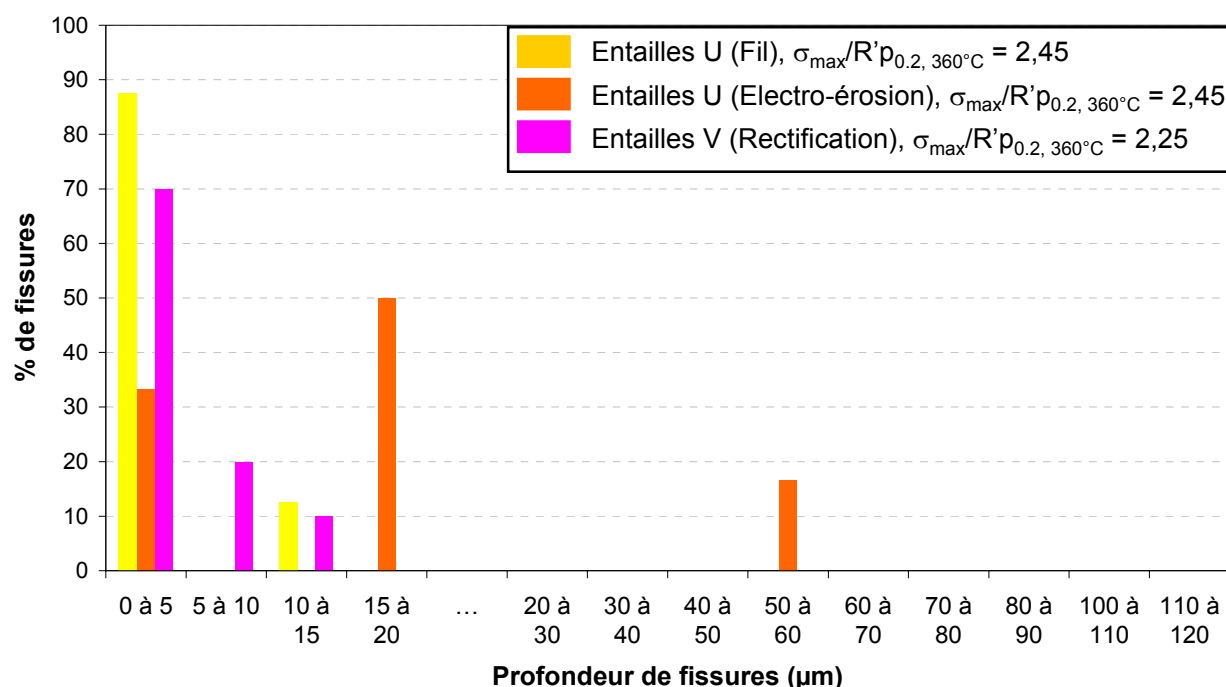


Figure 5-53 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique.  
Eprouvettes 1617TCEA36T1-2, acier 316L B, T(36%), 1400 h

Tableau 5-22 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures, aciers 316L A et B, T(36%), 1400 h

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne (μm)	Ecart type (μm)	Amplitude de la distribution (μm)
316L A T(36%)	U	2,45	1400	27	20	61
	U (Fil)	2,45		2	1	2
	V	2,25		4	2	6
316L B T(36%)	U	2,45	1400	18	16	48
	U (Fil)	2,45		4	3	9
	V	2,25		4	3	10

L'effet de l'état de surface est identique à celui observé pour les aciers 316L A et B laminés L(40%), ce qui démontre la robustesse de ce résultat. Toutefois, en raison de la dispersion inhérente aux résultats d'amorçage et de la dispersion induite par la méthode d'observation des amorces (Tableau 5-22), les résultats obtenus sur les entailles en U seront considérés comme appartenant à la même population. Cette hypothèse simplificatrice permet de vérifier les effets de la contrainte, de la durée et d'étudier les effets du matériau et du chemin de déformation.

### 5.5.2.2. Effet de la contrainte et de la durée d'essai

L'ensemble des résultats expérimentaux disponibles sur les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction T(36%) est représenté Figure 5-54, Figure 5-55 et Figure 5-56. Les résultats obtenus lors de la première campagne d'essais (acier 316L A, T(36%), 2300 h) sont inclus. Les entailles en U, avec ou sans passage de fil, ont été regroupées, comme décidé ci-dessus.

L'évolution de la densité linéique de fissures et des profondeurs moyennes et maximales en fonction du chargement relatif est disponible pour trois durées d'essais différentes : 1400 h, 2300 h et 3000 h.

A durée égale, on vérifie que la densité de fissures augmente avec le chargement relatif appliqué (Figure 5-54). De plus, tous les niveaux de chargement relatif testés en 3000 h ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}}$  compris entre 2,1 et 2,45) ont donné lieu à un amorçage multiple (Figure 5-50). On rappelle que le critère retenu d'amorçage multiple correspond à une densité linéique de fissures supérieure à  $0,003 \mu\text{m}^{-1}$ . Un amorçage multiple est également atteint aux temps courts (1400 h) pour le niveau de

chargement relatif le plus élevé.

La profondeur moyenne suit la même évolution que la profondeur maximale des fissures, paramètre qui sera ici privilégié. En effet, pour le niveau de chargement relatif testé le plus élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$ ), la profondeur maximale de fissures observée est supérieure à 50  $\mu\text{m}$  (Figure 5-51). Le seuil des 50  $\mu\text{m}$ , identifié par Couvant (Couvant 2004b) pour l'acier 304L, a été franchi pour les deux aciers 316L en 1400 h. On remarque que pour les chargements relatifs inférieurs, le seuil des 50  $\mu\text{m}$  n'a pas été atteint pour des durées d'essai plus longues (2300 h et 3000 h), (Figure 5-56).

Pour les temps courts (1400 h), on vérifie pour l'acier 316L A comme pour l'acier 316L B, une augmentation significative de la profondeur maximale des fissures observées avec le chargement relatif. La profondeur maximale est multipliée par un facteur 5 quand le chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  augmente de 2,25 à 2,45. De plus, pour un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  égal à 2,25, seules des amorces inférieures à 10  $\mu\text{m}$  sont observées alors que le seuil des 50  $\mu\text{m}$  est franchi pour les aciers 316L A et B sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  égal à 2,45 en seulement 1400 h. Cet effet est directement dû à la contrainte. En effet, le chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  égal à 2,25 a été testé sur des entailles usinées par rectification, état de surface, qui, comme démontré précédemment, est plutôt favorable à la propagation des fissures. Le chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  égal à 2,45 a été testé sur des entailles usinées par électro-érosion, avec ou sans passage du fil diamanté. Nous avons montré sur l'acier 316L A L(40%), que les états de surface issus de l'électroérosion (avec et ou sans passage de fil) ralentissent la propagation des fissures par rapport à une entaille en V (rectification).

Pour les essais d'une durée de 3000 h, le seuil des 50  $\mu\text{m}$  de profondeur n'a pas été franchi, malgré des niveaux de chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  compris entre 2,1 et 2,2 pour l'acier 316L B et entre 2,1 et 2,4 pour l'acier 316L A. On rappelle qu'en 2300 h, seules de courtes fissures ont été observées pour l'acier 316L A, T(36%) soumis à des chargements relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,1$  ou 2,35 (entailles U usinées par électro-érosion + passage d'un fil diamanté).

L'évolution de la profondeur maximale de fissures avec la contrainte ((Figure 5-56) n'est pas aussi régulière que l'évolution de la densité de fissures. On rappelle toutefois que les états de surface en fond d'entaille ne sont pas équivalents.

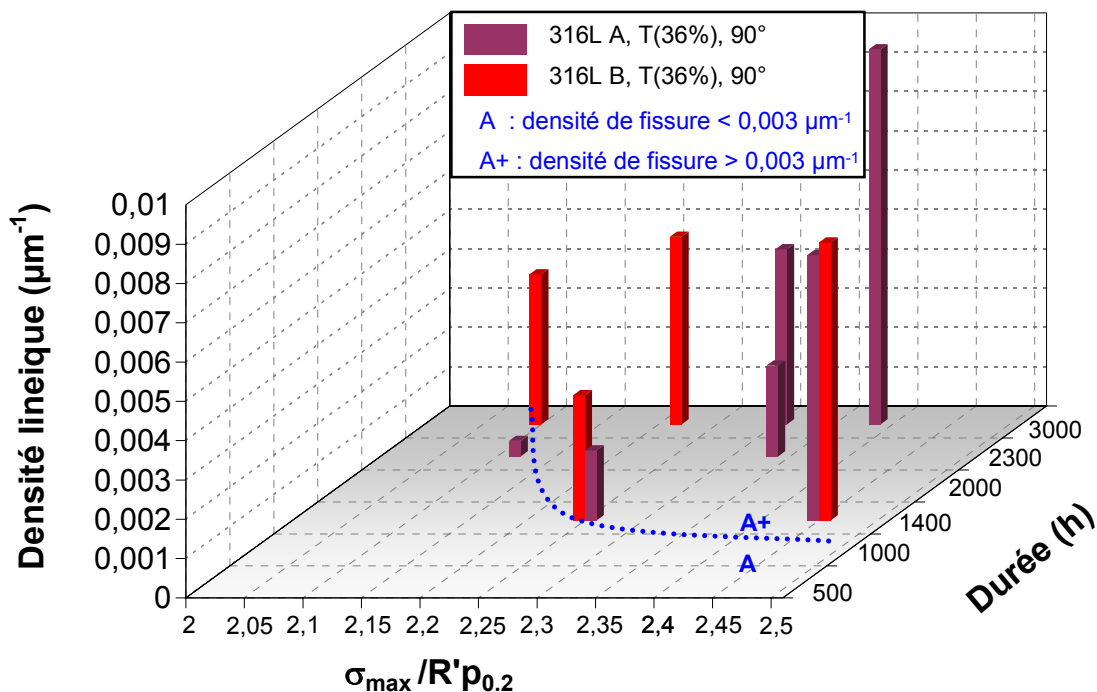


Figure 5-54 : Effet du chargement et de la durée sur la densité linéique des amorces et fissures. Aciers 316L A et B, T(36%)

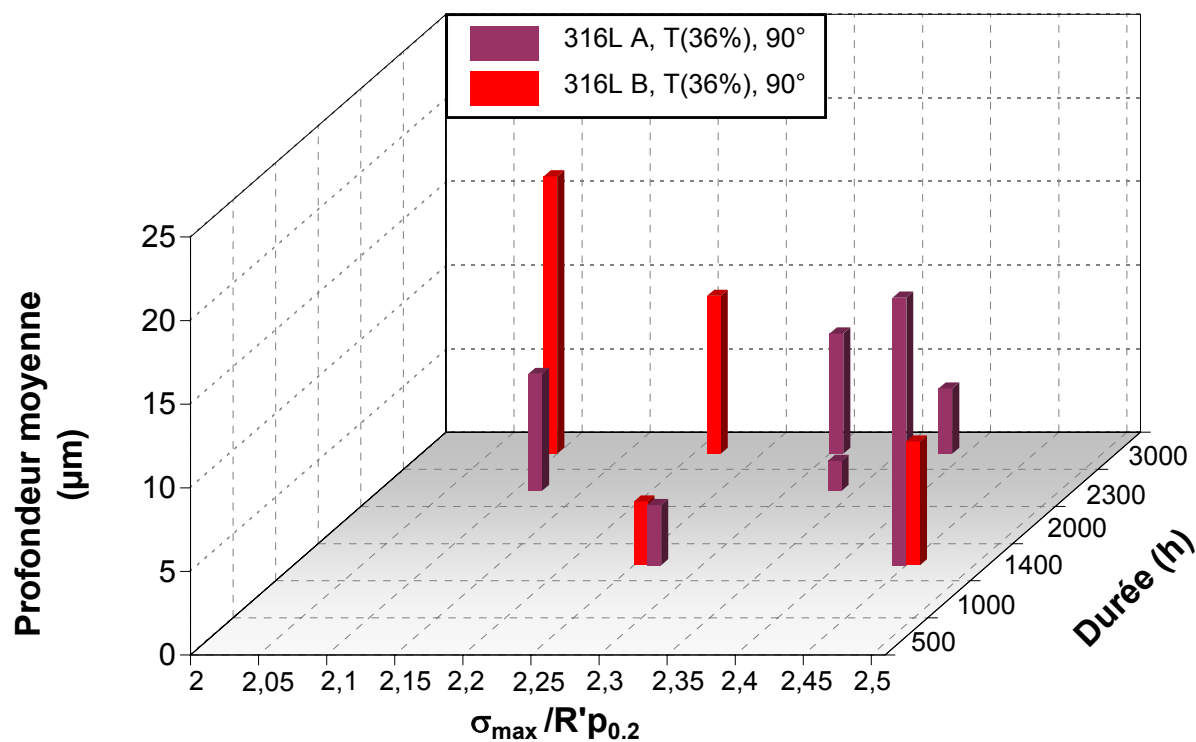


Figure 5-55 : Effet du chargement et de la durée sur la profondeur moyenne des amorces. Aciers 316L A et B, T(36%)

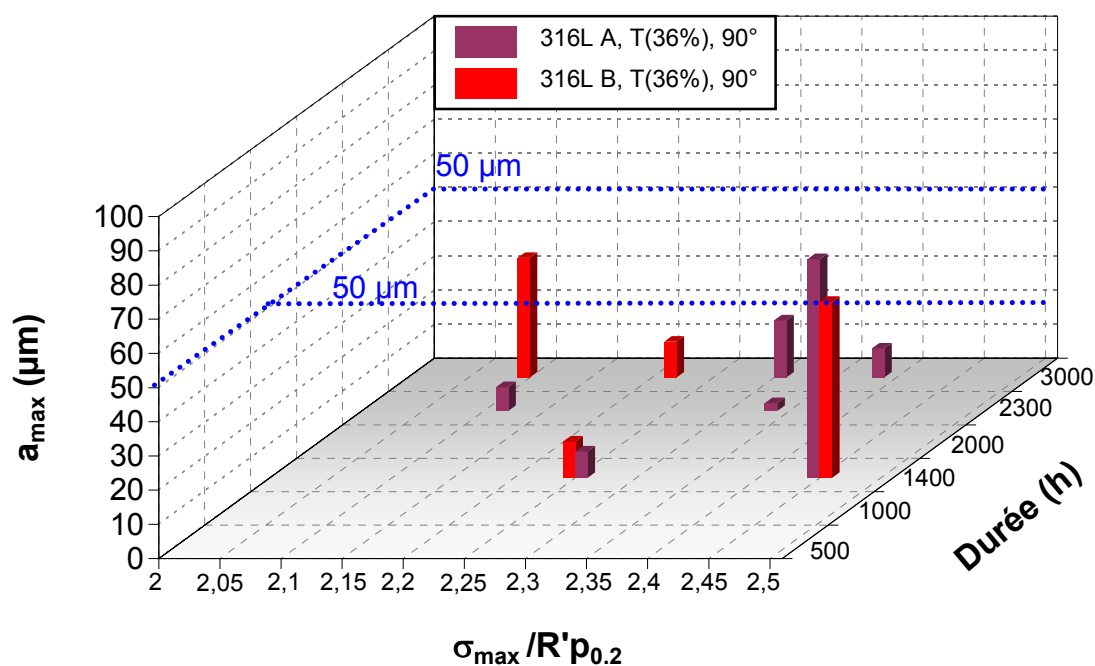


Figure 5-56 : Effet du chargement et de la durée sur la profondeur maximale des amorces et fissures. Aciers 316L A et B, T(36%)

À niveau de chargement mécanique équivalent (même  $\sigma_{\text{max}} / R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$ ), on vérifie que la prolongation de la durée d'essai s'accompagne d'une augmentation de la densité de fissures et des profondeurs moyennes et maximales des fissures observées.

### 5.5.2.3. Effet matériau : 316L A vs 316L B

Dans le Paragraphe 5.4, nous avons conclu que l'amorçage apparaissait vraisemblablement plus tôt pour l'acier 316L A à l'état laminé L(40%) mais la vitesse de propagation lente des fissures serait plus élevée pour l'acier 316L B. Toutefois, le chemin de déformation subi par les deux matériaux n'était pas strictement équivalent. Des informations aux temps courts se sont avérées nécessaires pour confirmer ou infirmer l'hypothèse d'une sensibilité à l'amorçage plus élevée de l'un des deux aciers 316L, pour les mêmes conditions d'écrouissage et de chemin de déformation.

Deux niveaux identiques de chargement  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  ont été testés sur les aciers 316L A et B pré-déformés de la même façon pendant 1400 h avec :

- entailles de type A : entailles en U avec passage d'un fil diamanté avant essai de CSC,
- entailles de type B : entailles en U, surface brute d'électro-érosion,
- entailles de type V : entailles en V, surface brute de rectification.

La seule variable est donc le matériau.

Comparons deux à deux par type d'entaille (A/B/V) les résultats obtenus pour l'acier 316L A T(36%) et l'acier 316L B T(36%), (Figure 5-50, Figure 5-51). Pour les mêmes conditions de chargement et d'état de surface, il apparaît que les profondeurs maximales atteintes en 1400 h sont équivalentes pour les deux aciers. De même, la densité de fissures ne semble pas affectée par le changement de composition. Cependant, si nous nous intéressons aux histogrammes de distribution de profondeurs (Figure 5-52 et Figure 5-53), on remarque qu'après 1400 h, il y a plus d'amorces profondes, c'est-à-dire dans le cadre de cette étude, supérieures à 20  $\mu\text{m}$  pour l'acier 316L A que pour l'acier 316L B. Ce critère de 20  $\mu\text{m}$  est défini arbitrairement. Il correspond à une profondeur de fissure suffisante pour que nous puissions considérer l'amorce au minimum en phase de propagation lente.

Pour les essais de durée 3000 h, peu de différences sont observées entre les deux aciers 316L A et B en termes de profondeur maximale en dépit d'un chargement mécanique relatif plus sévère pour l'acier 316L A. L'entaille V de l'éprouvette 1617TCEA36T3 fait toutefois figure d'exception avec une profondeur maximale observée de 36  $\mu\text{m}$ . Cependant, si on compare les densités linéiques de fissure en fond d'entaille, une tendance semble toutefois se dégager : un plus grand nombre d'amorces de fissures de CSC sont observées pour l'acier 316L A que pour l'acier 316L B, ce qui est cohérent avec les niveaux de contraintes appliqués.

Comparons maintenant la distribution des profondeurs d'amorces pour les deux aciers (Figure 5-57, Figure 5-58). Les caractéristiques de ces distributions sont données au Tableau 5-23.

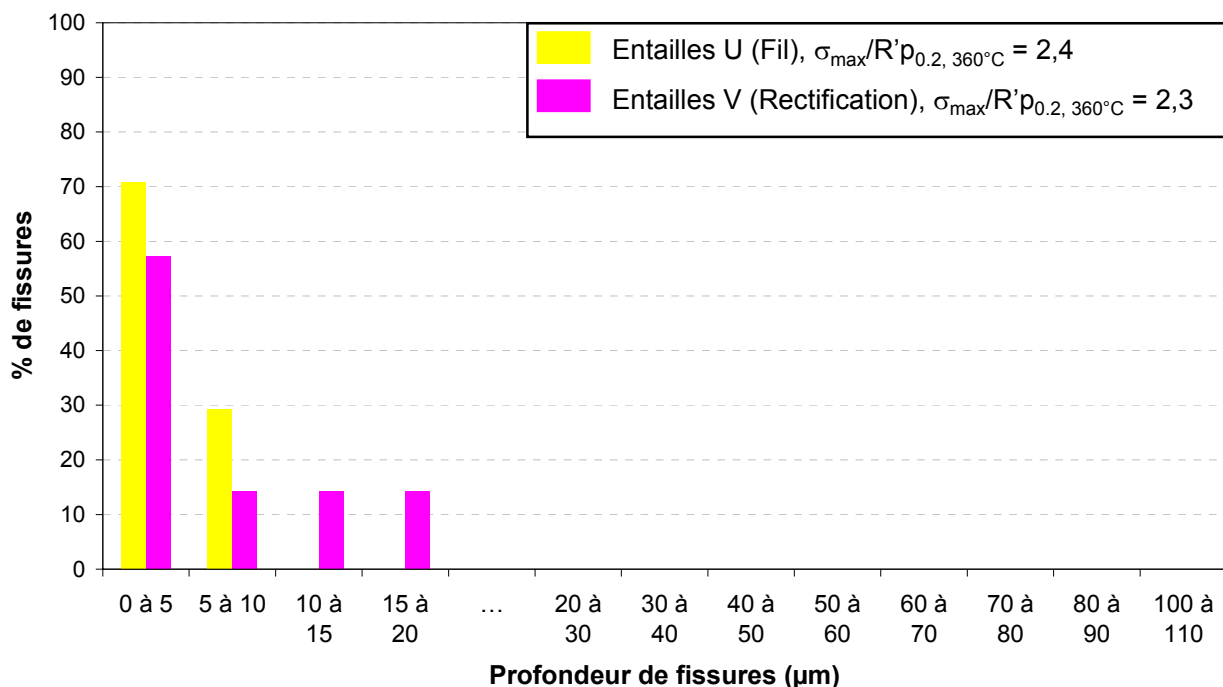


Figure 5-57 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique.  
Eprouvettes 1617T36T3-4, acier 316L A, T(36%), 3000 h

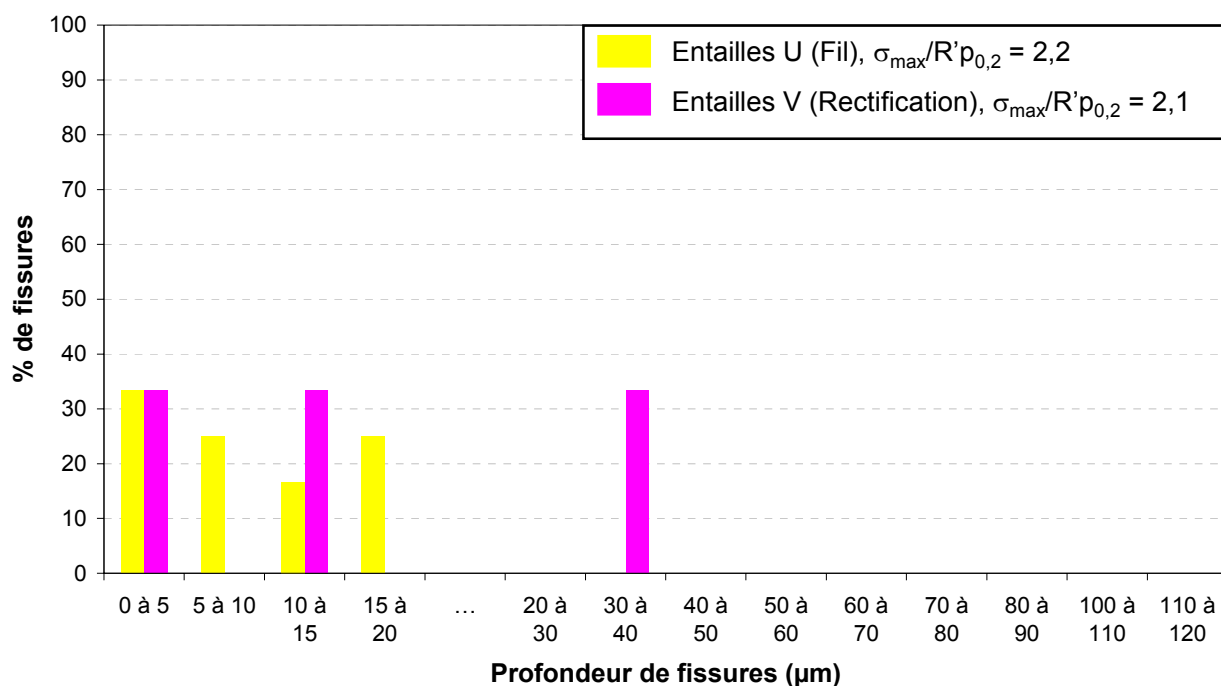


Figure 5-58 : Distribution des profondeurs de fissures observées sur coupe métallographique.  
Eprouvettes 1617TCEA36T3-4, acier 316L B, T(36%), 3000 h

Tableau 5-23 : Caractéristiques des distributions de profondeurs de fissures, aciers 316L A et B, T(36%), 3000 h

Matériau	Entaille	$\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}}$	Durée (h)	Profondeur moyenne (µm)	Ecart type (µm)	Amplitude de la distribution (µm)
316L A T(36%)	U (Fil) : A et B	2,4	3000	4	2	7
	V	2,3		7	6	15
316L B T(36%)	U (Fil) : A et B	2,2	3000	9	6	16
	V	2,1		17	17	33

Pour l'acier 316L A T(36%), les profondeurs mesurées sont globalement inférieures à 10 µm. Elles sont plus élevées pour l'acier 316L B. Les chargements mécaniques relatifs étant plus faibles pour l'acier 316L B que pour l'acier 316L A, cet effet est directement imputable à un effet «matériau». Pour autant, la possibilité d'obtenir des amorces dès 2300 h d'essai sur l'acier 316L A ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,1$  et 2,3) a été mise en évidence. On considérera donc que le seuil d'amorçage vrai est proche pour les deux aciers 316 L A et B à l'état T(36%).

On rappelle que l'amorçage est avéré en 1400 h pour l'acier 316L A L(40%) sous un chargement relatif modérément élevé, ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$ ), situé dans la gamme basse des conditions mécaniques testées dans cette étude. L'amorçage n'a pas été exclu pour l'acier 316L B L(40%) testé dans les mêmes conditions. On en a précédemment conclu qu'un écrouissage important a donc un effet du premier ordre sur la sensibilité à l'amorçage, sans toutefois pouvoir différencier, avec les données de cette étude, les effets du niveau de pré-déformation atteints des effets du mode d'écrouissage retenu.

Les données disponibles à l'état T(36%) ne montrent donc pas de différences notables de sensibilité à l'amorçage entre les aciers 316L A et B dues à la seule différence de composition. Lorsque les deux aciers 316L A et 316L B sont pré-déformés suivant le même chemin de pré-déformation, l'amorçage est observé pour les mêmes couples (chargement / durée) et les densités de fissures observées sont comparables. Les profondeurs de fissures sont en général plus importantes pour l'acier 316L B que pour l'acier 316L A, à état de surface identique, ce qui indiquerait une vitesse de propagation plus élevée pour l'acier 316L B. Cette tendance reste toutefois à vérifier.



#### 5.5.2.4. Effet de la pré-déformation : T(36%) vs L(40%)

Les résultats d'amorçage obtenus lors de la première campagne d'essais sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction indiquaient que l'amorçage est difficile à réaliser en 3000 h y compris sous un chargement mécanique relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2} > 2,1$ . L'augmentation du chargement relatif et de la durée d'essai ont toutefois permis d'observer un amorçage significatif (en termes de densité linéique) même si les profondeurs restent faibles. Par ailleurs, dans une étude parallèle réalisée au CEA, des amorces de 20 à 30  $\mu\text{m}$  sont observées sur l'acier 316L B laminé L(40%) après 2500 h environ sous un chargement  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$  (Hermes 2009b).

Afin d'expliquer ces résultats, la comparaison croisée des aciers 316L A et B pré-déformés T(36%) et L(40%) a été réalisée et a montré que :

- un amorçage précoce est possible sur l'acier 316L A L(40%) sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$  (durée inférieure ou égale à 1400 h).
- des fissures peuvent être observées pour les états pré-déformés par traction T(36%) pour une durée inférieure ou égale à 1400 h sous contrainte élevée ( $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} = 2,45$ ).

De plus, à l'état pré-déformé par laminage L(40%), des densités linéiques comparables sont observées pour les deux matériaux. Par contre, à état de surface identique, les profondeurs sont plus élevées pour l'acier 316L B. A l'état pré-déformé par traction T(36%), des résultats comparables sont obtenus pour les deux aciers. Cependant les différences de profondeur de fissures sont moins marquées que pour les états laminés.

Les matériaux ont suivi strictement le même chemin de déformation lors de la pré-déformation par traction T(36%). Par contre, le nombre de passes lors du laminage des aciers 316L A et B est très différent. On montre ainsi que l'effet du trajet de déformation domine sur l'effet matériau.

L'ensemble des résultats des essais d'amorçage sous chargement trapèze est reporté dans l'espace  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  - durée d'essai (Figure 5-59). Les points expérimentaux sont annotés d'un A+ si un amorçage multiple a été observé. Le critère de  $0,0030 \mu\text{m}^{-1}$  a été retenu.

La compilation des premiers résultats sur matériaux pré-déformés par traction et des résultats complémentaires sur les aciers 316L A et B, pour les deux pré-déformations T(36%) et L(40%) a permis de préciser le graphique précédemment proposé (Figure 5-35) grâce à :

- un affinement de la position des courbes limites d'amorçage vrai et d'amorçage multiple,
- pour l'état tractionné avec les points à 1400 h et à 3000 h,
- un début de courbe limite d'amorçage pour l'état laminé.

On retiendra que l'amorçage des fissures de CSC sous chargement trapèze est possible sur les aciers 304L, 316L A et B pour les états pré-déformés par traction et par laminage. L'augmentation du niveau de pré-déformation décale les courbes d'amorçage et d'amorçage multiple vers les temps courts et les contraintes faibles.

Une valeur de  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  supérieure à 2 semble nécessaire pour amorcer des fissures de CSC en quelques milliers d'heures sur les matériaux pré-déformés par traction. Pour des valeurs de  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}}$  supérieures à 2,2 et des durées d'essais supérieures à 3000 h, un amorçage multiple est attendu. Il n'a toutefois pas été possible de déterminer un seuil d'amorçage pour les matériaux pré-déformés par laminage car tous nos essais se sont avérés trop sévères (critère d'amorçage vrai dépassé). Des essais supplémentaires pour des durées inférieures à 1400 h et / ou des chargements relatifs inférieurs à 2,05 seraient nécessaires pour préciser la position de la courbe d'amorçage vrai pour ce type de pré-déformation.

La détermination des trois domaines d'amorçage (pas de CSC / amorçage vrai / amorçage multiple) est réalisée indépendamment du paramètre matériau. Il apparaît que l'amorçage est essentiellement gouverné par le trajet de chargement et le niveau de pré-déformation, le paramètre matériau jouant un rôle sur la transition propagation lente / propagation rapide et sur la vitesse de propagation. Ceci sera discuté dans le chapitre suivant.

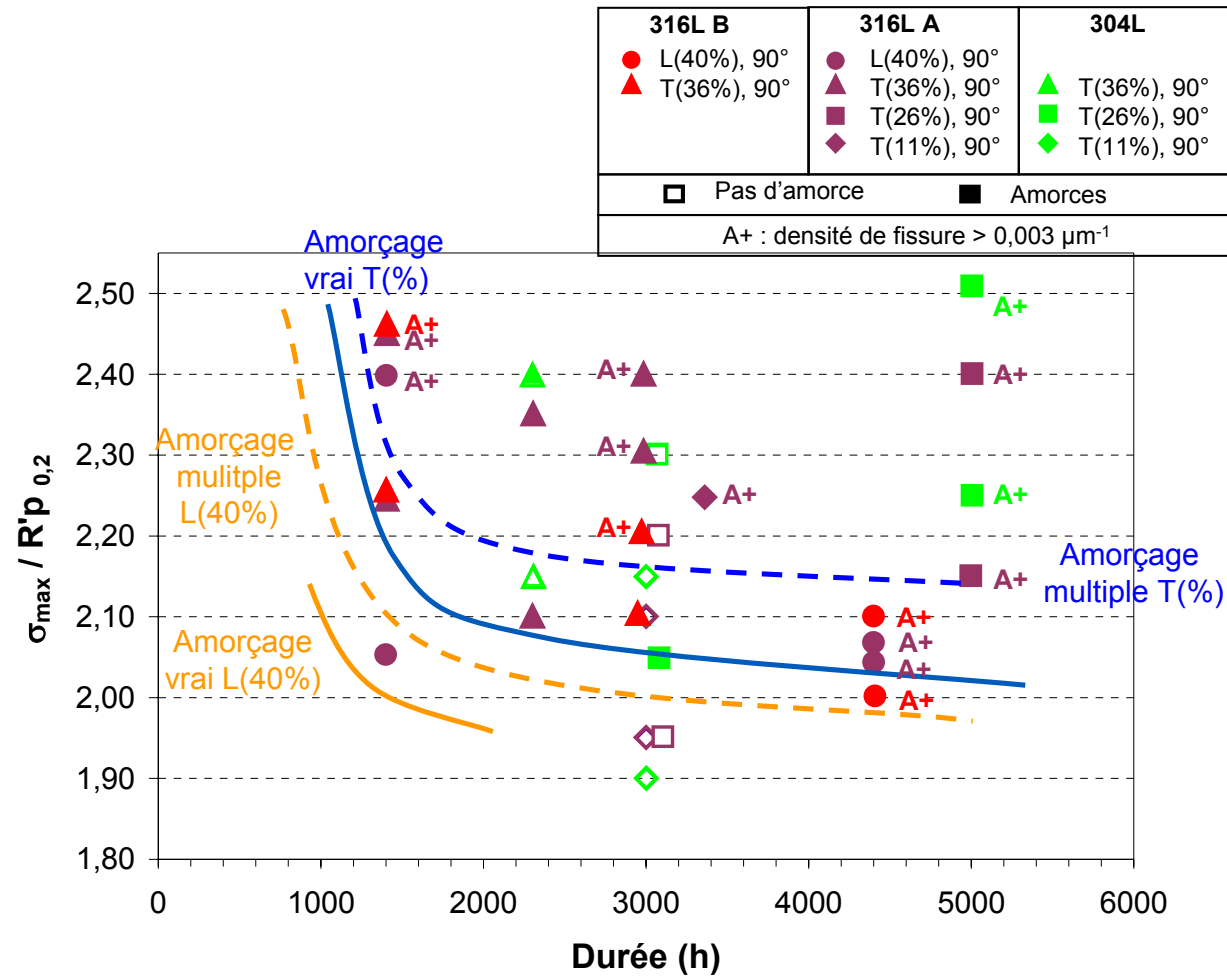


Figure 5-59 : Courbe limite d'amorçage vrai et d'amorçage multiple à 360°C. Analyse en densité linéique. Comparaison des états pré-déformés par traction et par laminage. Aciers 304L, 316L A et B

### 5.5.3. Conclusion

L'ensemble des résultats expérimentaux collectés a mis en évidence un fort effet du trajet de chargement (changement de direction de sollicitation, tractionné vs laminé, nombre de passes lors du laminage) sur la sensibilité à l'amorçage de la CSC des aciers inoxydables. Le critère d'amorçage est défini comme le couple durée / contrainte nécessaire pour observer une amorce de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ . Un niveau de pré-déformation élevé facilite le franchissement des seuils d'amorçage :

- seuil d'amorçage vrai : détection d'au moins une amorce de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ ,
- seuil d'amorçage multiple : densité de fissures supérieure à 0,003  $\mu\text{m}^{-1}$ .

Il a été démontré qu'il n'y avait pas d'effet «matériau» sur la sensibilité à l'amorçage. Par contre, les données issues de la littérature mettent en évidence un effet «matériau» sur la vitesse de propagation des fissures [(Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009), (Guerre 2007)]. En particulier, la différence de cinétique de propagation est très importante sous chargement statique. Elle n'est toutefois pas avérée sous chargement cyclique. Dans cette étude, les données d'amorçage disponibles pour les aciers 316 L A et B dans deux états de pré-déformation (T(36%), L(40%)) tendent à indiquer que la transition propagation lente / propagation rapide survient plus rapidement pour l'acier 316L B sous chargement cyclique. Toutefois, la différence est surtout marquée pour l'état laminé et il est vraisemblable que la différence de trajet de chargement entre les aciers 316L A et B joue également un rôle sur la propagation des fissures.

## Résumé

La première partie de ce chapitre a été consacrée à la caractérisation des amorces de fissures de CSC. Après avoir validé les profondeurs mesurées sur coupe par laminographie, des caractérisations en microscopie électronique en transmission ont été réalisées. Une couche d'oxyde duplex a été observée sur les lèvres de la fissure. L'oxyde interne est de type spinelle  $(\text{Fe}, \text{Mn})_x(\text{Fe}, \text{Cr})_{2-x}\text{O}_4$ . L'oxyde externe correspond à  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . En pointe de fissure, seul un oxyde de type spinelle riche en Fe et en Cr a été observé. De plus, une zone enrichie en Ni et appauvrie en Fe et en Cr a été observée à l'interface oxyde / métal.

La deuxième partie de ce chapitre était dédiée aux résultats des essais d'amorçage de la CSC en milieu primaire simulé sur éprouvettes entaillées en acier 304L ou 316L pré-déformé par traction ou par laminage. Les essais sont réalisés sous chargement trapèze avec une amplitude de déchargement  $R = 0,8$  et un temps de maintien de 57 min.

Les paramètres étudiés sont relatifs à la chimie (effet matériau), à la mécanique (le chemin de déformation, le niveau de pré-déformation, le chargement mécanique durant l'essai), à l'état de surface et à la durée de sollicitation en milieu.

Les données expérimentales obtenues ont permis de cartographier les domaines de sensibilité à l'amorçage dans l'espace chargement / durée. Deux seuils ont été définis : un seuil d'amorçage vrai correspondant à l'apparition d'une amorce (dans cette étude, profondeur supérieure à  $1 \mu\text{m}$ ), et un seuil d'amorçage multiple, correspondant à l'apparition d'amorces suffisamment nombreuses pour que l'amorçage soit aisément observable avec les méthodes de dépouillement utilisées. C'est dans ce domaine d'amorçage multiple que les résultats obtenus fournissent des informations statistiquement fiables.

L'ensemble des essais réalisés a confirmé un fort effet du trajet de chargement sur la sensibilité à l'amorçage des matériaux étudiés, quel que soit le niveau de pré-déformation. Ainsi, aucune amorce n'a pu être observée pour les aciers 304L et 316L pré-déformés par traction  $T(36\%)$  pour un changement de trajet de chargement de  $45^\circ$ . Au contraire, dans des conditions d'essais comparables, un changement de trajet de chargement de  $90^\circ$  permettait l'observation d'amorces. De plus, la comparaison des aciers 316L A et B à l'état laminé a mis en évidence un fort effet du chemin de déformation *via* le nombre de passes de laminage. L'effet matériau est alors mineur, comme cela a été confirmé par la comparaison des aciers 316L A et B à l'état pré-déformé par traction. L'augmentation de la contrainte appliquée ou l'augmentation de la pré-déformation décale les domaines de sensibilité à l'amorçage vrai et multiple vers les temps courts. L'effet matériau, mineur par rapport aux autres paramètres de l'étude pour l'amorçage, devient un facteur important dès lors que les amorces se propagent en mode lent. En effet, l'effet matériau intervient surtout lors de la transition propagation lente / propagation rapide, éventuellement par l'intermédiaire de la taille de grains ou d'un gradient d'écrouissage. L'effet matériau pourrait être dû à des mécanismes de déformations mis en jeu différents selon la composition de l'acier. On peut envisager un effet de l'EDE. Enfin, l'état de surface en fond d'entaille modifie la réponse du matériau. En particulier, un usinage par électro-érosion augmente le temps à l'amorçage vrai par rapport à un usinage par rectification. L'effet est amplifié si un fil diamanté est passé en fond d'entaille avant essai.

La sensibilité à l'amorçage a été caractérisée au moyen de deux grandeurs : la densité et la profondeur des amorces. La pluralité des états d'amorçage nécessite d'utiliser un critère global afin d'intégrer les deux aspects de l'amorçage et de faciliter la comparaison de la sensibilité à l'amorçage des différents couples matériaux / pré-déformation. Les cartographies d'amorçage obtenues indiquent l'existence d'équivalence contrainte-durée qu'il faudra également paramétrer.



## *Discussion*

---

## 6. Discussion

Dans la littérature, des seuils de dureté ont été proposés pour définir la propagation lente et la propagation rapide des fissures de CSC dans les aciers inoxydables en milieu primaire de REP. Dans le précédent chapitre, deux seuils ont été définis pour caractériser l'état d'amorçage obtenu expérimentalement : un seuil d'amorçage vrai et un seuil d'amorçage multiple.

Dans le présent chapitre, nous nous attacherons à définir les limites des domaines correspondant à chacune des étapes de la CSC dans l'espace chargement relatif / durée d'essai en fonction du matériau et de la pré-déformation. Dans un premier temps, il s'agira de définir la transition propagation lente / propagation rapide. Puis nous nous intéresserons aux domaines d'amorçage vrai et d'amorçage multiple. La définition de ces domaines est essentiellement liée à la densité linéique de fissures. Puis, grâce à des critères de profondeur, nous tenterons de positionner la transition propagation lente / propagation rapide dans l'espace chargement relatif / durée d'essai.

Le deuxième objectif de ce chapitre consiste à proposer une application du modèle des indices aux aciers inoxydables austénitiques pour estimer la durée nécessaire pour atteindre la transition propagation lente / propagation rapide. Une attention particulière sera apportée à la forme de l'indice contrainte.

### 6.1. Comparaison des conditions expérimentales des résultats recensés

Les essais d'amorçage réalisés au CEA (Herms 2008), (Herms 2009b), (Herms 2010) sont directement comparables à ceux réalisés dans cette étude. En effet, ils sont réalisés sur éprouvettes axisymétriques entaillées, soumises à un chargement trapèze dont les paramètres sont proches de ceux utilisés dans notre étude (Tableau 6-1).

**Tableau 6-1 : Comparaison des conditions expérimentales entre les essais du CEA et notre étude**

			CEA	EDF
Acier			316L B	304L, 316L A et B
Pré-déformation			Laminage	Laminage et traction
Angle de prélèvement $\alpha$			90°	90°
Forme de l'entaille			V	U ou V
Etat de surface			Rectification	Rectification
				Electro-érosion avec ou sans fil
Température			290°C à 340°C	360°C
Milieu			1000 ppm de B, 2 ppm de Li, 25-30 cc H <sub>2</sub> /kg H <sub>2</sub> O	1000 ppm de B, 2 ppm de Li, 30 cc H <sub>2</sub> /kg H <sub>2</sub> O
Chargements utilisés	Chargement trapèze	Testé	oui	oui
		Fréquence	3,10 <sup>-4</sup> Hz	2,9.10 <sup>-4</sup> Hz
		R	0,85	0,8
	Charge constante		oui	non

L'ensemble des résultats d'amorçage des fissures de CSC obtenu au CEA sur l'acier 316L B L(40%) est synthétisé en Annexe A.1. Ces résultats, directement comparables à ceux collectés dans la présente étude viendront alimenter l'analyse de l'effet des différents paramètres sur l'amorçage. Il importera de vérifier que ces résultats, obtenus indépendamment, vérifient les tendances que nous avons dégagées. Un nombre important de fissures profondes ayant été observé, ces résultats étayeront la détermination de la profondeur critique atteinte lors de la transition propagation lente / propagation rapide. Ils serviront également à paramétrer un modèle empirique de type «loi des indices».



## 6.2. Sensibilité des aciers inoxydables à l'amorçage des fissures de CSC

### 6.2.1. Pluralité de la notion d'amorçage

Nous avons vu que la difficulté des études sur l'amorçage réside dans la définition même du concept d'amorçage. Trois grandes familles de définition peuvent être envisagées selon le contexte de l'étude : l'amorçage vrai, l'amorçage expérimental ou encore la détection de fissures sur site. L'amorçage vrai correspond au stade d'apparition du plus petit défaut (fissures ou pénétrations d'oxyde) observable. L'expression d'amorçage expérimental recouvre les étapes d'amorçage vrai et de propagation lente et les distingue de la propagation rapide. L'amorçage expérimental est associé à une profondeur de fissure critique dont l'ordre de grandeur est de 50  $\mu\text{m}$  pour les aciers inoxydables. Suivant les matériaux étudiés (aciers inoxydables ou alliages base nickel) et les écrouissages associés, la taille du défaut critique varie dans la littérature entre 18 et 100  $\mu\text{m}$  (Couvant 2004b), (Lohro 2012), (Boursier 1993). Le critère d'amorçage utilisé sur site est en réalité un critère de détection de fissures, pour lequel le stade de propagation rapide est déjà atteint (couramment 2 mm de profondeur).

Dans le cadre de notre étude, un seuil de profondeur égal à 1  $\mu\text{m}$  a été retenu pour l'amorçage vrai, de façon à pouvoir identifier les fissures de CSC. Le critère de 50  $\mu\text{m}$  a été retenu, dans un premier temps, pour définir la transition propagation lente / propagation rapide des fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP. L'un des objectifs de ce chapitre est de préciser le critère en profondeur pour la transition propagation lente / propagation rapide.

Dans la littérature, la profondeur maximale de fissure est généralement rapportée. Le régime de propagation de la fissure (lent / rapide) est déterminé en comparant la profondeur maximale au critère correspondant à la profondeur critique. Cela nécessite toutefois de se doter d'un critère en profondeur caractéristique de cette transition et bien que des données aient été publiées par le CEA (Annexe A.1), la valeur exacte du critère n'est pas établie. De plus, nous avons montré que la profondeur maximale des fissures n'est pas un paramètre suffisant pour décrire la sensibilité à l'amorçage de la fissuration. Il a rarement été observé une unique fissure. Lorsque la densité de fissures est très faible (densité linéique  $< 0,003 \mu\text{m}^{-1}$ ), les fissures sont également peu profondes (quelques micromètres au mieux).

La valeur de  $0,003 \mu\text{m}^{-1}$  a été choisie sur la base d'observations expérimentales. Elle correspond à une densité linéique suffisante pour étudier l'amorçage sur coupe. En-deçà de  $0,003 \mu\text{m}^{-1}$ , la détection des amorces est délicate. Une densité linéique de fissures égale à  $0,003 \mu\text{m}^{-1}$  correspond à l'observation d'une ou deux fissures sur une coupe axiale de l'entaille (Figure 6-1), suivant le rayon en fond d'entaille (Tableau 6-2). Cette valeur-seuil de la densité linéique permet de définir l'amorçage multiple. Cette notion, que nous avons introduite au Chapitre 5 (Paragraphe 5.3), correspond à un état d'amorçage intermédiaire entre l'amorçage vrai et l'amorçage expérimental.

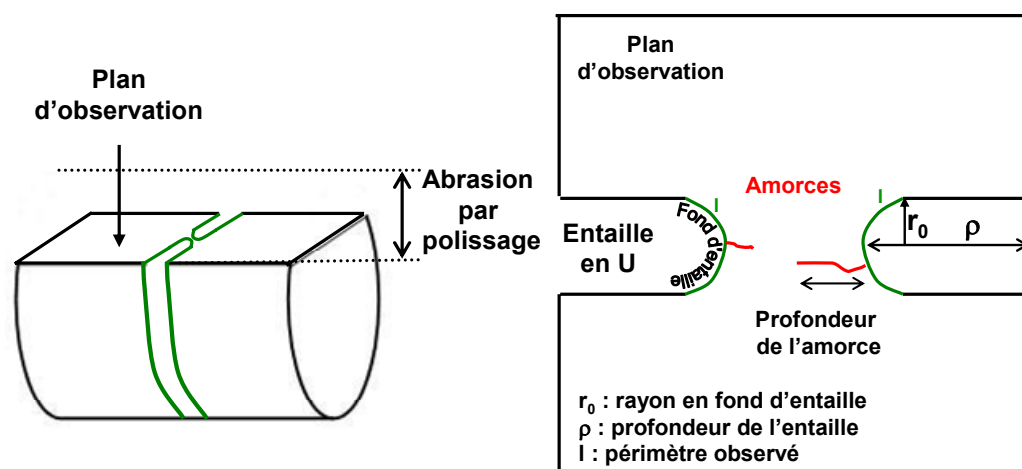


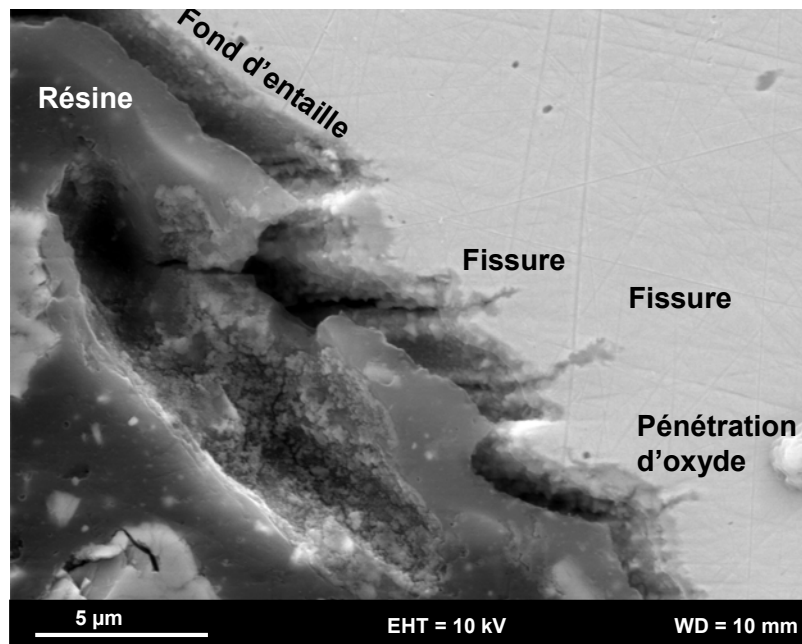
Figure 6-1 : Observation de fissure sur coupe axiale (à mi-épaisseur)

**Tableau 6-2 : Nombre de fissures équivalent à une densité linéique de  $0,003 \mu\text{m}^{-1}$  sur une coupe axiale**

Rayon en fond d'entaille $r_0$ ( $\mu\text{m}$ )	Périmètre l en fond d'entaille cas d'une coupe axiale ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de fissures attendu sur coupe axiale si $d = 0,003 \mu\text{m}^{-1}$
55	346	1
100	628	2
125	785	2

Lorsque des densités de fissures supérieures sont observées, des profondeurs de fissures plus importantes ont été mesurées. Suivant les conditions testées, des fissures de profondeur supérieure à  $100 \mu\text{m}$  ont été obtenues. Dans notre étude, l'amplitude de la distribution des profondeurs est pratiquement identique à la profondeur maximale, car de nombreuses fissures de l'ordre du micromètre sont associées aux densités linéiques élevées (Chapitre 5, Paragraphes 5.3, 5.4 et 5.5).

Dans le chapitre précédent, nous avons décrit l'amorçage en intégrant uniquement les fissures. Des pénétrations d'oxyde, sans fissuration dans le plan de coupe ont également été observées (Figure 6-2, Tableaux 5-7, 5-16 et 5-20). Cependant, une pénétration d'oxyde observée sur coupe peut être située aux extrémités d'une fissure ouverte dans un autre plan de coupe. De plus, si on fait l'hypothèse que le phénomène de fissuration débute par une pénétration d'oxyde préférentielle (Couvant 2009), la pénétration d'oxyde répond à la définition de l'amorçage vrai (plus petit défaut observable). Ce défaut pourra éventuellement se propager par rupture de l'oxyde, selon les états de contrainte et de déformation locaux. A ce titre, la prise en compte des pénétrations d'oxyde est justifiée pour définir les cartes d'amorçage.



**Figure 6-2 : Amorçage en fond d'entaille : 2 fissures et 1 pénétration d'oxyde. Acier 304L, éprouvette 1510TE7 B, T(26%),  $\sigma_{\text{max}}/R'_{p0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,25$ , 5000 h**

Nous avons ainsi considéré trois étapes successives pour décrire l'état d'amorçage observé suite aux essais de CSC : l'amorçage vrai, l'amorçage multiple et finalement la transition propagation lente / propagation rapide. Nous allons maintenant chercher à comprendre comment chacun de ces domaines évolue pour les trois matériaux en fonction de la pré-déformation.

Pour décrire et comparer la sensibilité à l'amorçage de différents matériaux et / ou de différents états de contrainte, il faut considérer la densité de fissures et caractériser leur profondeur au moyen de trois paramètres :

- l'amplitude de la distribution des profondeurs,
- la profondeur moyenne,
- la profondeur maximale.

Dans notre étude, la profondeur maximale est généralement équivalente, au micromètre près, à l'amplitude de la distribution des profondeurs des amorces. Le nombre de paramètres nécessaires pour définir la profondeur des fissures, est dans notre cas, limité à deux. Enfin, seules de courtes fissures (profondeur supérieure au micromètre) peuvent être identifiées avec certitude comme des amorces.

Pour définir un seuil d'amorçage vrai, il est nécessaire de se baser à la fois sur la profondeur et la densité des défauts. Le seuil d'amorçage multiple est un seuil défini uniquement par la densité linéique des défauts. La profondeur maximale est le critère pertinent pour décrire la propagation lente / propagation rapide.

### 6.2.2. Profondeur critique de transition propagation lente / propagation rapide

La CSC est communément décrite comme un mécanisme en deux étapes : une étape d'amorçage expérimental suivie d'une étape de propagation rapide des fissures. La transition entre amorçage expérimental et propagation peut être reliée à une profondeur de défaut critique en lien avec la microstructure, un gradient d'écrouissage, ou encore à une valeur critique du facteur d'intensité des contraintes  $K_{ISCC}$ .

Dans cette étude, les étapes d'incubation et de propagation lente sont réunies sous le nom d'amorçage expérimental et sont ainsi distinguées de la phase de propagation rapide. Durant l'étape de propagation rapide, la cinétique de propagation augmente au moins d'un facteur 10.

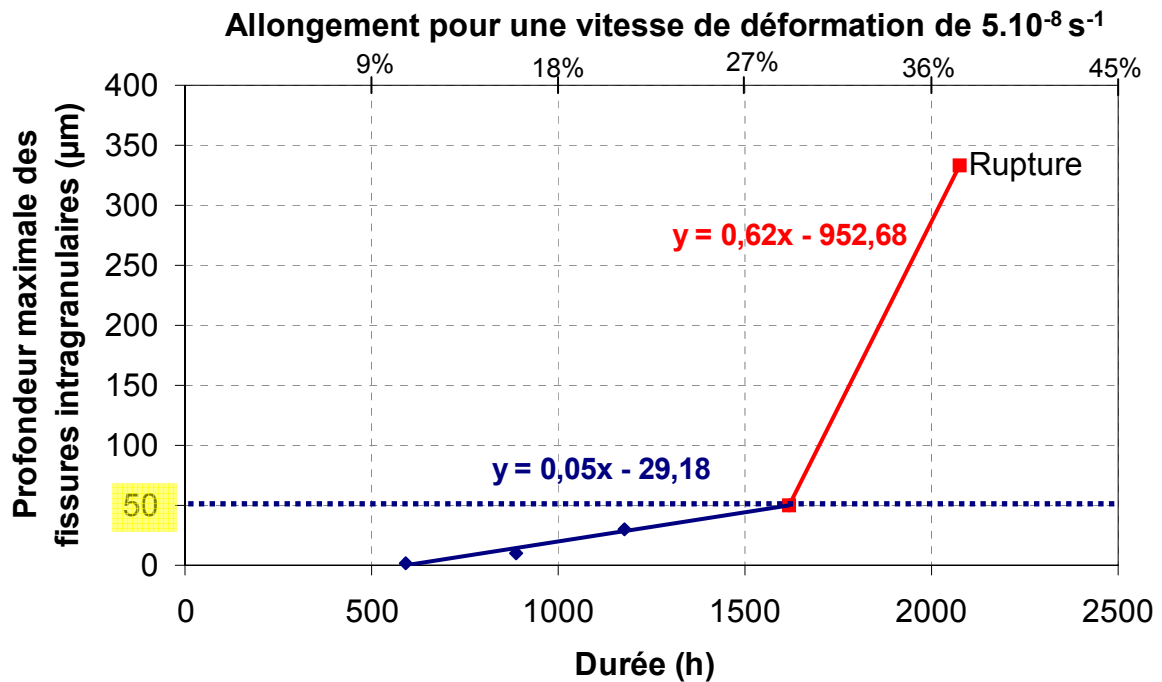
La durée d'amorçage expérimental correspond alors à la durée nécessaire pour réaliser la transition du mode de propagation lent vers le régime de propagation rapide des défauts. La notion d'amorçage expérimental est un artifice de laboratoire qui se justifie par le changement de vitesse de propagation et la brièveté de la phase de propagation rapide.

L'amorçage expérimental est associé à une taille de défaut critique, à partir de laquelle la fissure se propage rapidement. Le temps d'amorçage expérimental  $t_i$  est donc défini par la relation :

$$a_c = \int_0^{t_i} \left( \frac{da}{dt} \right) \cdot dt \quad 6-1$$

avec  $a_c$  la profondeur de fissure critique pour laquelle se produit la transition entre propagation lente et propagation rapide et  $da/dt$  la vitesse de propagation lente.

Cette transition a été observée expérimentalement par Thierry Couvant ([Couvant 2004b](#)) avec des essais de traction lente interrompus, pour une profondeur de 50  $\mu\text{m}$  pour un acier inoxydable austénitique de type 304L.



**Figure 6-3 : Transition propagation lente / propagation rapide des fissures intragranulaires de l'acier 304L, essais à vitesse de déformation imposée sur éprouvette plate non pré-écrouie ( $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) (Couvant 2004b)**

Couvant détermine ainsi la vitesse de propagation pour chacun des domaines de propagation lente et rapide à partir des pentes des segments de droite (Figure 6-3) :

$$\dot{a}_{\text{propagation lente}} = 0,05 \mu\text{m.h}^{-1}$$

$$\dot{a}_{\text{propagation rapide}} = 0,62 \mu\text{m.h}^{-1}$$

**6-2**

$$\dot{\epsilon} = 5.10^{-8} \text{ s}^{-1}$$

La vitesse de propagation rapide mesurée expérimentalement est plus de 10 fois supérieure à la vitesse de propagation lente des fissures intragranulaires pour l'acier 304L. Couvant vérifie ainsi que la profondeur de fissure lors de la transition propagation lente / propagation rapide est comparable à la taille de grains des microstructures étudiées dans le cas des aciers inoxydables 304L. On notera que l'acier 304L utilisé pour cette démonstration est également celui de la présente étude.

Toutefois, des résultats récents sur l'alliage 600 tendent à montrer que la taille du défaut critique diminue avec l'écrouissage du matériau (Lohro 2012). Il faut donc envisager l'hypothèse d'une diminution de la profondeur de défaut critique avec l'écrouissage pour l'acier 304L.

Suivant les matériaux étudiés et les états d'écrouissage associés, la taille du défaut critique varie dans la littérature entre 18 et 100  $\mu\text{m}$  (Couvant 2004 a et b), (Lohro 2012); (Boursier 1993). Dans la partie précédente, il nous a paru raisonnable de considérer, sur la base des données de la littérature, que les fissures de profondeur supérieure à 100  $\mu\text{m}$  sont en mode de propagation rapide. La profondeur critique pour les aciers inoxydables de l'étude est au maximum de l'ordre de la taille de grains. Faute de mieux, un critère de 50  $\mu\text{m}$  a été utilisé pour séparer les domaines de propagation lente et de propagation rapide, en gardant à l'esprit que la profondeur de défaut critique est susceptible de varier suivant :

- le matériau (composition chimique, taille de grains, coefficient d'écrouissage),
- la pré-déformation subie avant essai de CSC,

Nous pouvons désormais confronter la profondeur critique déterminée par Couvant pour l'acier 304L (état de réception, essais de traction lente) aux résultats d'amorçage de CSC obtenus dans cette étude et à ceux du CEA pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage et soumis à un chargement trapèze.

Des essais sous charge constante ( $\sigma_{\text{initial}}/R'p_{0.2, 340^\circ\text{C}} = 2,05$ ) ont été réalisés au CEA (Herms 2009b) sur l'acier 316L B L(40%) pour trois durées : 3144 h, 6710 h et 9840 h. En 3144 h, seules des amorces très courtes sont observées (au mieux 5  $\mu\text{m}$ ). En 6710 h, soit une durée d'essai multipliée par deux, des amorces de 10  $\mu\text{m}$  de profondeur maximale sont observées. Il n'y a donc pas eu de modification de la vitesse de propagation des amorces qui correspond au régime lent. Après 9840 h d'essai cumulées, la rupture de l'éprouvette est observée et une profondeur totale de fissure de CSC égale à 1200  $\mu\text{m}$  est mesurée sur le faciès de rupture. La transition propagation lente / propagation rapide a été franchie sous charge constante entre 6710 h et 9840 h. La profondeur critique est estimée par construction géométrique (Figure 6-4). Elle est comprise entre 10 et 15  $\mu\text{m}$ , ce qui est très inférieur à la profondeur de 50  $\mu\text{m}$  déterminée par Couvant pour l'acier 304L. Toutefois, Couvant a soumis l'acier 304L à l'état de réception à des essais de traction lente. Le matériau initial n'est pas écroui et le trajet de chargement est monotone. La transition propagation lente / propagation rapide est observée pour un allongement de 26% (calculé avec la vitesse de déformation effective pendant l'essai). Cet allongement correspond à une déformation vraie égale à 0,23, ce qui est très inférieure à la déformation généralisée associée à une réduction d'épaisseur de 40% par laminage (déformation généralisée égale à 0,60).

Une profondeur critique comprise entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  est également vraisemblable pour les aciers 316L A et B L(40%), sur la base des essais réalisés sous chargement trapèze. Des données manquent toutefois pour affiner l'évaluation de la profondeur critique  $a_c$  pour des matériaux fortement écrouis.

Sur la Figure 6-5, les profondeurs maximales observées sont représentées en fonction de la durée d'essai. Cette fois, on ne se limite plus aux 100 premiers micromètres, de façon à évaluer les vitesses de propagation en régime lent et en régime rapide.

Pour l'acier 316L A, soumis à un chargement cyclique ( $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ ) la vitesse de propagation en régime lent des fissures de CSC est de 0,0068  $\mu\text{m.h}^{-1}$ . Cette vitesse est dix fois inférieure à celle estimée pour Couvant pour l'acier 304L à l'état de réception sollicité en traction lente. Cette différence est cohérente avec la nature des essais, les essais de traction lente étant des essais plus sévères que les essais sous chargement trapèze.

Pour l'acier 316L B L(40%) soumis à un chargement constant ( $\sigma/R'p_{0.2, 340^\circ\text{C}} = 2,05$ ), la vitesse de propagation en régime lent est de 0,0014  $\mu\text{m.h}^{-1}$ , soit 5 fois plus faible que pour l'acier 316L A sous sollicitation cyclique. La vitesse de propagation rapide pour l'acier 316L B sous chargement cyclique est de 0,67  $\mu\text{m.h}^{-1}$ . Sous chargement statique, la vitesse de propagation rapide est d'au moins 0,35  $\mu\text{m.h}^{-1}$  et éventuellement bien supérieure (Figure 6-5, pointillés rouge, acier 316L B soumis à un chargement constant). Cet ordre de grandeur est cohérent avec les résultats des essais de propagations sur éprouvette CT. En effet, les cinétiques de propagation sur éprouvettes CT sont comprises entre 0,1  $\mu\text{m}^{-1}$  et 1  $\mu\text{m.h}^{-1}$  selon la valeur du facteur d'intensité des contraintes appliqué (Tribouilloy 2007a), (Guerre 2007). Un rapport 100 est donc observé, au minimum, entre le régime de propagation lente et le régime de propagation rapide des fissures de CSC dans les conditions testées. Il s'approche de 1000 pour une sollicitation statique.

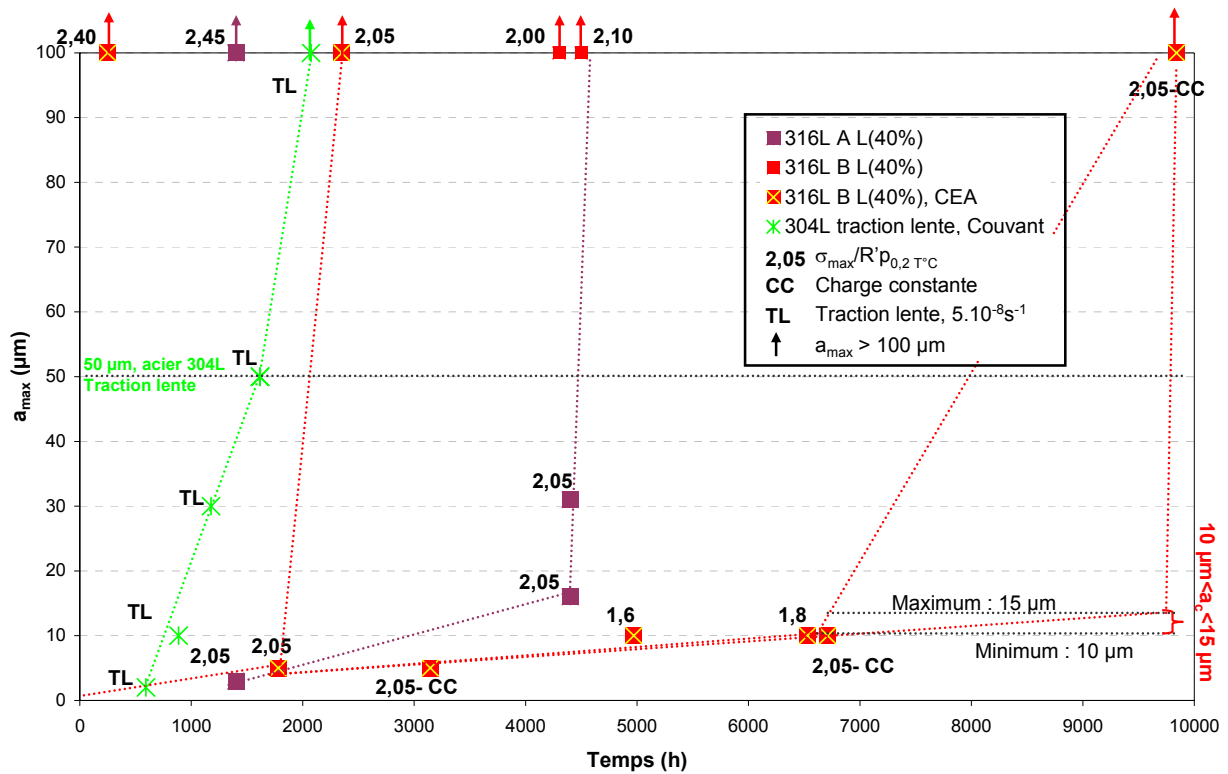


Figure 6-4 : Diminution lorsque la pré-déformation augmente de la profondeur critique des fissures lors de la transition propagation lente / propagation rapide. Aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%)-Cette étude et résultats du CEA - Chargement trapèze ou charge constante. Comparaison avec l'acier 304L à l'état de réception sollicité en traction lente (Couvant 2004b)

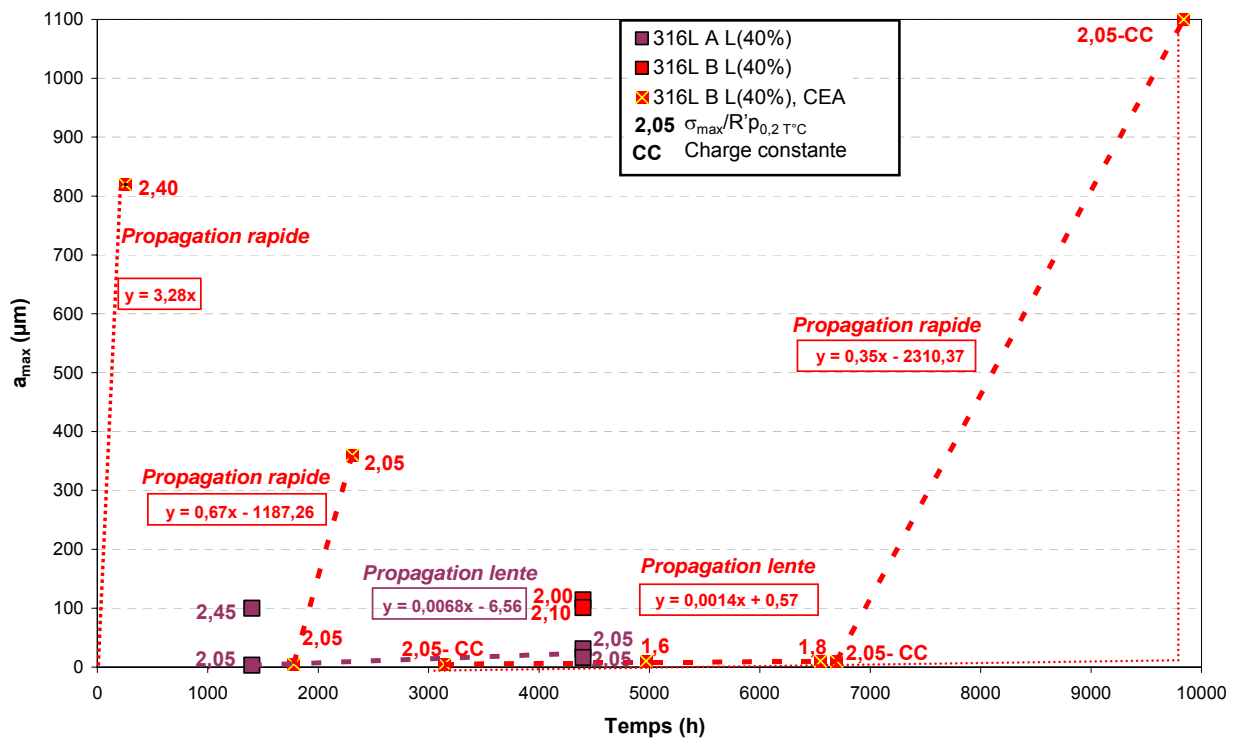
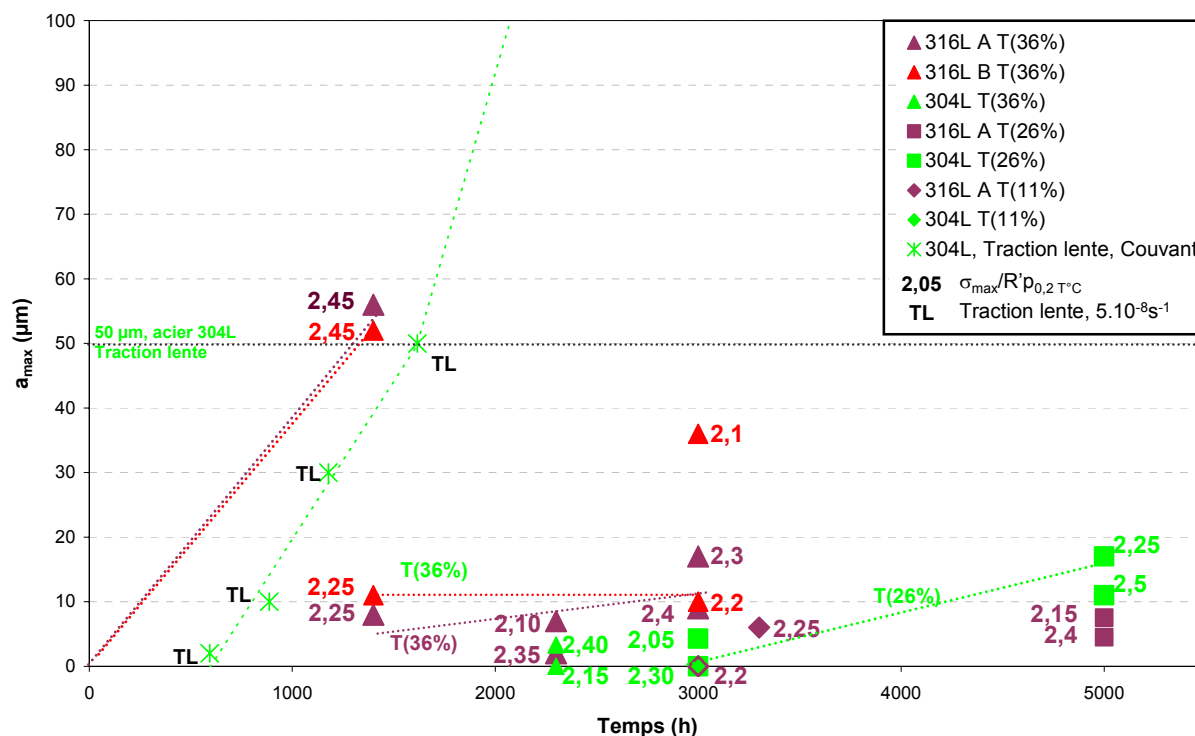


Figure 6-5 : Vitesse de propagation des fissures de CSC en régime lent et rapide pour différents chargements. Aciers 316 L A et B pré-déformés par laminage. Résultats de cette étude et du CEA

Sur la Figure 6-6, les profondeurs maximales ont été reportées pour les trois aciers de la présente étude ayant été pré-déformés par traction. Une valeur comprise entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  ne peut pas rendre compte de la transition propagation lente / propagation rapide pour les niveaux de pré-déformation étudiés. Les données disponibles ne permettent toutefois pas de l'estimer, faute d'essais ayant donné lieu à la propagation rapide des fissures. La valeur de la profondeur critique est donc supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Pour l'acier 304L, la limite supérieure pour  $a_c$  a été déterminée par Couvant à 50  $\mu\text{m}$ .



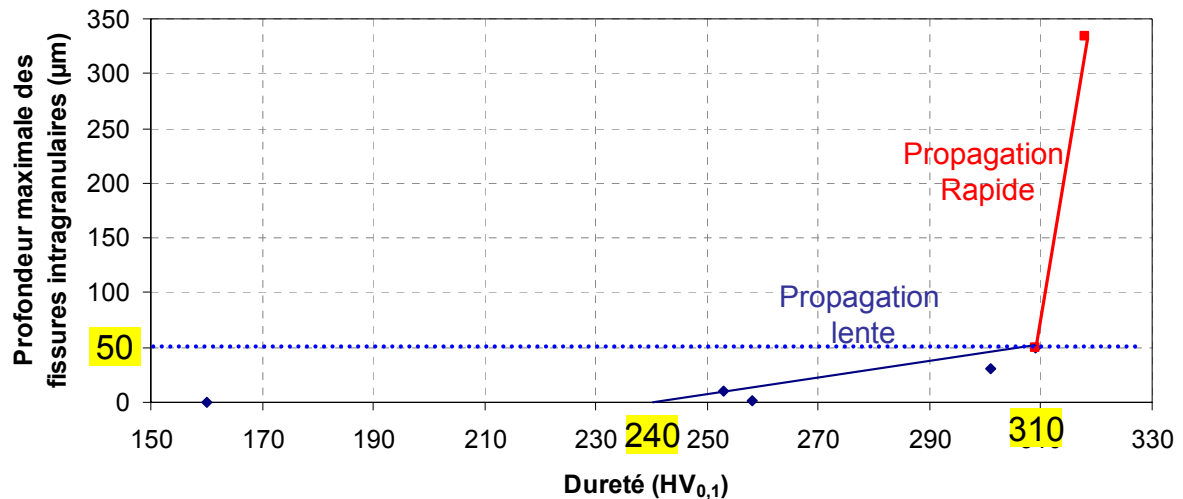
**Figure 6-6 : Profondeur critique des fissures lors de transition propagation lente / propagation rapide. Aciers 304L, 316L A et 316L B pré-déformés par traction (cette étude) - Chargement trapèze. Comparaison avec l'acier 304L en traction lente (Couvant 2004b)**

Nous avons vérifié que la profondeur des fissures lors de la transition propagation lente / rapide dépendait du niveau d'écrouissage. La transition propagation lente / propagation rapide intervient pour une profondeur de fissures comprise entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  pour les aciers 316L A et B fortement écrouis (pré-déformation par laminage L(40%), soit une déformation généralisée de 0,60). La durée d'amorçage expérimental correspondra donc à l'obtention de fissures de profondeurs comprises entre 10 et 20  $\mu\text{m}$ . Pour les aciers pré-déformés par traction (pré-déformation vraie inférieure ou égale à 0,31), la profondeur critique est supérieure à 20  $\mu\text{m}$ . Couvant a proposé la valeur de 50  $\mu\text{m}$  pour l'acier 304L non écroui sur la base des essais de traction lente. La profondeur critique est donc comprise entre 20 et 50  $\mu\text{m}$  pour les matériaux pré-déformés par traction T(36%).

### 6.2.3. Seuils d'écrouissage

Des seuils d'écrouissage ont été proposés pour la propagation lente et la propagation rapide des fissures de CSC des aciers inoxydables austénitiques. Ils correspondent respectivement à des valeurs de dureté de 240  $\text{HV}_{0,1}$  et de 310  $\text{HV}_{0,1}$ . Le seuil de propagation lente pourrait correspondre à l'amorçage vrai. Par contre, il ne doit pas être confondu avec un seuil de dureté pour l'incubation. Ces valeurs ont été déterminées à partir d'essais de traction lente interrompus sur l'acier 304L à l'état de réception. En cours d'essai, le matériau est déformé et son écrouissage augmente. Les valeurs de microdureté (Figure 6-7) ont été mesurées dans la zone d'amorçage des fissures. Couvant considère qu'une fois la fissure amorcée, l'écrouissage sur les lèvres de la fissure est négligeable, car la plasticité est localisée en pointe de fissure. La microdureté mesurée est donc représentative de l'écrouissage de l'acier 304L lors de l'amorçage de la fissure.





**Figure 6-7 : Transition propagation lente / propagation rapide des fissures intragranulaires de l'acier 304L, essais à vitesse de déformation imposée sur éprouvette plate non pré-écrouie ( $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) (Couvant 2004b)**

Le seuil de 310 HV<sub>0,1</sub> pour la propagation rapide des fissures de CSC des aciers inoxydables est cohérent avec les données disponibles dans la littérature (Chapitre 2, Figure 2-44). Les duretés des aciers de la présente étude ont été positionnées par rapport aux seuils de propagation lente et de propagation rapide des fissures (Figure 6-8). Pour une charge de 100 g, la valeur de la dureté est dépendante de la localisation de la mesure (présence d'un joint de grains, d'un précipité...). Cette charge n'est pas adaptée pour fournir une valeur de dureté macroscopique. De fait, il n'existe pas de correspondance immédiate entre les mesures de dureté réalisées avec une charge de 100 g et celles réalisées avec une charge plus élevée. Pour pouvoir comparer les duretés des matériaux de cette étude aux valeurs locales mesurées par Couvant, la même mesure de dureté a été réalisée, en moyennant un minimum de 8 mesures aléatoires. Les valeurs moyennes sont synthétisées dans le Tableau 6-3 ainsi que les écarts types associés. On notera que les écarts type sont élevés, en relation avec la faible charge imposée.

Les pré-déformations par laminage L(40%) génèrent un écrouissage très important qui se traduit par une augmentation de la dureté de l'ordre de 200 HV<sub>0,1</sub> par rapport à l'état de réception soit environ 350 HV<sub>0,1</sub>. Des fissures de profondeurs maximales de 100 et 114 µm ont été observées pour les aciers 316 L A et B L(40%) sous chargement trapèze, sous réserve que le couple chargement-durée soit adapté (Tableau 5-15). Ces profondeurs sont très supérieures à la profondeur critique de transition propagation lente / rapide, que nous avons estimée à 10-20 µm pour ces conditions de pré-déformation. Ces résultats sont donc cohérents avec le seuil de propagation rapide des fissures de CSC des aciers inoxydables.

Les aciers 304L et 316L B pré-déformés par traction T(36%) ont une dureté de 310 HV<sub>0,1</sub>. Leur écrouissage préalable à l'essai de CSC permet donc l'amorçage et la propagation rapide des fissures de CSC. Pour l'acier 316L A, les valeurs mesurées sont inférieures au seuil de 310 HV<sub>0,1</sub>. Des fissures de profondeur 50 µm ont été observées pour l'acier 316L B T(36%) mais également pour l'acier 316L A T(36%). De même des amorces ont pu être observées pour l'acier 316L A T(11%), sous certaines conditions de chargement et de durée d'essai. Pourtant, la dureté avant essai est inférieure au seuil de dureté de 240 HV<sub>0,1</sub> pour la propagation lente des fissures.

Toutefois, dans notre étude, les niveaux de chargement relatif appliqués en fond d'entaille sont très élevés (supérieurs à  $2 \cdot R'_{p0,2}$ ). Lors de la mise en charge de l'éprouvette, le fond d'entaille est fortement plastifié. De plus, les seuils de dureté pour la propagation lente et la propagation rapide ont été déterminés pour un trajet de chargement monotone. Or un trajet de chargement complexe, comme appliqué dans la présente étude, favorise la localisation de la déformation (Couvant 2010).

L'ensemble des résultats de cette étude sur matériaux pré-déformés par traction ou par laminage est donc compatible avec les seuils de dureté proposés.

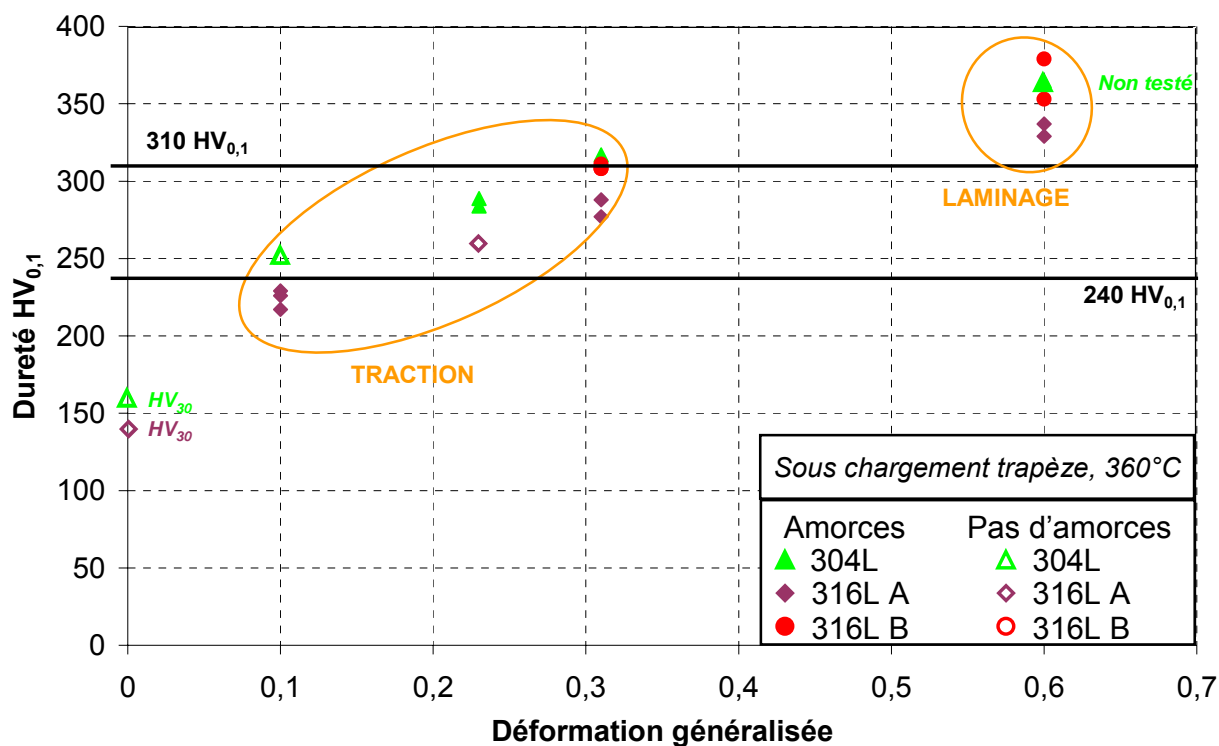


Figure 6-8 : Comparaison des résultats d'amorçage obtenus dans cette étude et des seuils d'amorçage et de propagation disponibles dans la littérature (Couvant 2004 a et b)

Tableau 6-3 : Valeurs moyennes de microdureté et écarts types associés des aciers 304L, 316L A et B pour les quatre niveaux de pré-déformation de l'étude. Filiation de 8 mesures

Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Acier	$HV_{0,1}$	écart type
T(11%)	0,10	316L A	226	12
			229	7
			217	19
		304L	251	13
			252	18
T(26%)	0,23	316L A	260	17
		304L	288	15
			284	16
		316L A	288	12
T(36%)	0,31	316L A	277	27
			308	27
		316L B	308	24
			311	24
		304L	317	8
			337	41
L(40%)	0,60	316L A	329	24
			379	26
		316L B	353	13

## 6.2.4. Amorces et pénétrations d'oxyde

Dans le Chapitre 5, seules les amorces «ouvertes» ont été intégrées dans les résultats en tant que fissures. Toutefois, une pénétration d'oxyde observée sur coupe peut être située aux extrémités d'une fissure ouverte dans un autre plan de coupe. De plus, dans le cadre d'un modèle d'interaction plasticité / oxydation (Couvant 2009), le phénomène de fissuration débute par une pénétration d'oxyde préférentielle. On est d'ores et déjà dans le cadre de l'apparition d'un défaut qui pourra se propager, selon les états locaux de contrainte et de déformation. A ce titre, une pénétration d'oxyde devrait en toute rigueur être intégrée aux résultats d'amorçage. Toutefois, l'objectif premier de cette étude était d'évaluer le temps d'incubation apparent pour que le défaut passe en mode de propagation lente. Le choix initial a donc été fait d'exclure les pénétrations d'oxyde. Nous allons maintenant examiner comment l'intégration de ces pénétrations d'oxyde préférentielles décale les domaines d'amorçage vrai et d'amorçage multiple.

## 6.2.5. Analyse semi-statistique

### 6.2.5.1. Densité de fissures et de pénétrations

La densité des fissures en fond d'entaille est une conséquence de la sensibilité du matériau aux pénétrations d'oxyde préférentielles. Ces pénétrations d'oxyde, qui évolueront ou non ultérieurement en amorces par rupture de l'oxyde, peuvent être localisées au niveau des joints de grains, des joints de macles et des lignes de glissement. Couvant montre, en effet, que l'oxydation est assistée par la localisation de la déformation sous l'effet conjugué du trajet de chargement et du niveau de sollicitation mécanique (Couvant 2009). Nous avons montré, dans la partie précédente, que les principaux paramètres qui affectent la densité de fissures sont: le niveau de pré-écrouissage, le trajet de chargement, la durée de l'essai et le niveau de chargement relatif appliqué pendant l'essai de CSC.

#### Acier 304L

Pour cet acier, aux états de pré-déformation T(11%), T(26%) et T(36%), pratiquement aucune pénétration d'oxyde n'a été observée. Les résultats montrés précédemment pour cet acier restent donc inchangés.

Les données disponibles (Tableaux 5-6 et 5-7), trop éparses, ne permettent donc pas de tracer le domaine d'amorçage vrai qui nécessite la détection d'au moins un défaut de profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ . De même, le seuil d'amorçage multiple (densité linéique supérieure à 0,003  $\mu\text{m}^{-1}$ ) a été franchi uniquement après 5000 h d'essai pour une pré-déformation par traction T(26%) et des chargements relatifs élevés ( $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} \geq 2,25$ ). Il n'a donc pas été possible de le tracer pour chaque niveau de pré-déformation par traction. Toutefois, en considérant l'ensemble des niveaux de pré-déformation par traction, on peut estimer le chargement mécanique relatif nécessaire à l'amorçage vrai supérieur à 2 pour une durée supérieure à 2300 h d'essai et pour des pré-déformations par traction inférieures ou égales à T(36%). L'amorçage multiple, quant à lui, nécessite un chargement supérieur à 2,25 et une durée supérieure à 2300 h. La position du domaine d'amorçage vrai nécessite des essais supplémentaires. De plus, la position du domaine d'amorçage multiple devra également être affinée avec des essais complémentaires.

La représentation de l'ensemble des données collectées dans cette étude sur l'acier 304L (Figure 6-9) confirme que le niveau de chargement nécessaire à l'apparition de l'amorçage multiple diminue quand la durée augmente, et réciproquement.

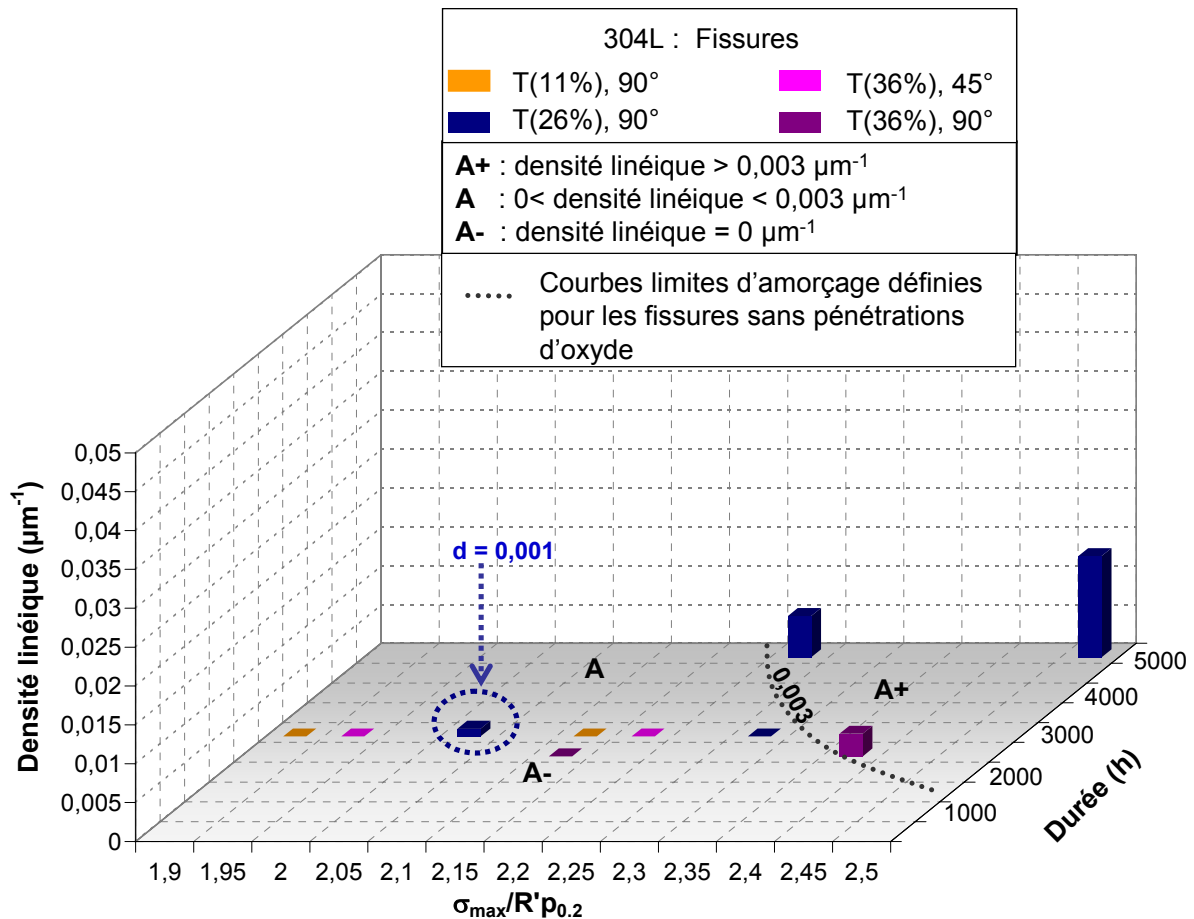


Figure 6-9 : Domaines d'amorçage selon la densité linéique de fissures - Acier 304L pré-déformé par traction

#### Aciers 316L A et B

Contrairement au cas de l'acier 304L, l'acier 316L A présente un nombre de pénétrations d'oxyde suffisant pour modifier significativement la densité linéique de défauts (Tableaux 5-6, 5-7, 5-15, 5-16, 5-19 et 5-20). Ces pénétrations d'oxyde ont surtout été observées pour les essais longs (plus de 3000 h) et sous un chargement relatif élevé ( $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0,2, 360^\circ\text{C}} \geq 2,25$ ). La courbe-limite d'amorçage vrai n'est pas modifiée. La courbe-limite d'amorçage multiple (densité linéique supérieure à 0,003  $\mu\text{m}^{-1}$ ) est, pour sa part, décalée vers les chargements relatifs faibles et les durées courtes (Figure 6-10). En outre, l'amorçage est observé plus tôt et pour des chargements plus faibles pour l'état laminé L(40%) que pour les états pré-déformés par traction. Il n'a pas été possible de positionner le seuil d'amorçage multiple pour l'état laminé (Figure 6-10) faute de données. Il semble toutefois avéré que son franchissement intervienne pour des chargements relatifs et des durées plus faibles que pour les états pré-déformés par traction.

L'effet du niveau de pré-déformation est confirmé : pour les changements de chemin de déformation à 90°, plus la pré-déformation est importante, plus les chargements relatifs et les durées nécessaires à l'amorçage (vrai ou expérimental) peuvent être faibles. La prise en compte des pénétrations d'oxydes ne modifie pas les conclusions quant à l'effet du niveau de pré-déformation.

Pour l'acier 316L B, des pénétrations d'oxyde ont été observées pour toutes les conditions testées (Tableaux 5-15, 5-16, 5-19 et 5-20). Toutefois la valeur de la densité linéique est moins affectée que pour l'acier 316L A. La comparaison des points expérimentaux pour les aciers 316L A et B ne montrent pas de différence significative en termes de densité linéique pour des couples chargement relatif / durée comparables (Figure 6-11). La transition vers l'amorçage multiple n'a pas pu être positionnée pour l'état laminé, les conditions testées ayant généré des densités élevées de fissures. Toutefois, on notera que sous un chargement relatif de 2,25, l'amorçage multiple est obtenu pour l'acier 316 L B T(36%) en 1400 h, alors que pour l'acier 316L A, seul l'amorçage vrai est avéré dans les mêmes conditions.

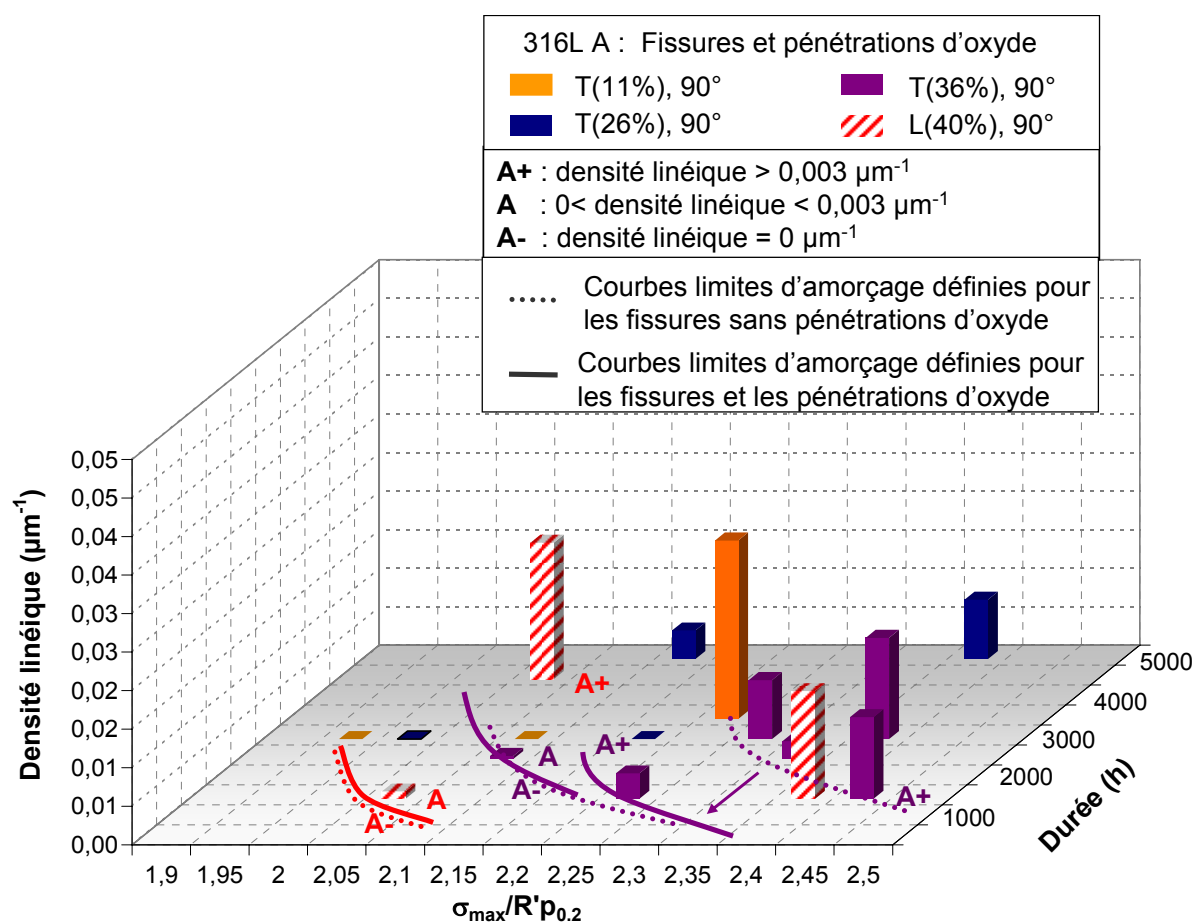
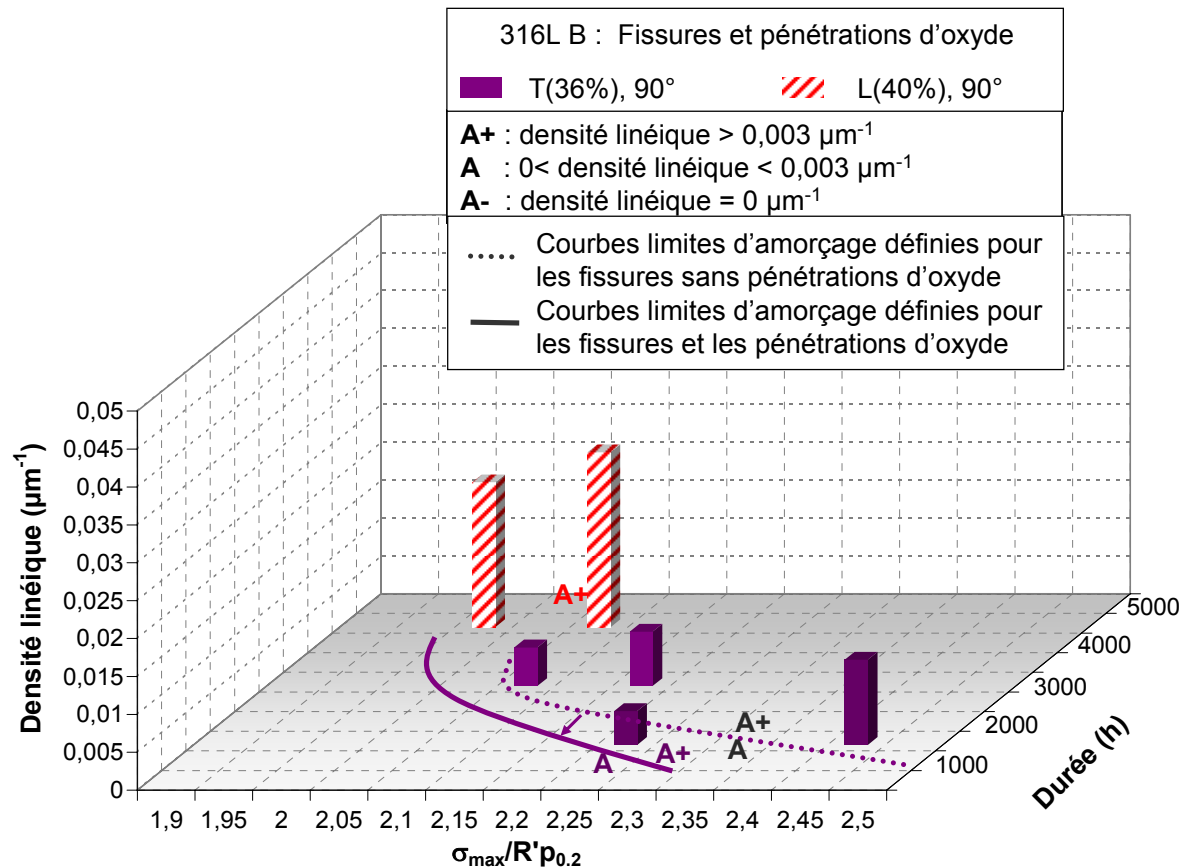


Figure 6-10 : Position des domaines d'amorçage selon la densité linéique de fissures avec et sans prise en compte des pénétrations d'oxyde. Acier 316L A pré-déformé par traction ou par laminage



**Figure 6-11 : Position des domaines d'amorçage selon la densité linéique de fissures avec et sans prise en compte des pénétrations d'oxyde. Acier 316L B pré-déformé par traction ou par laminage**

On vérifie qu'un chargement relatif d'environ 2,1 est nécessaire pour l'amorçage vrai en 1400 h pour l'acier 316L A L(40%) et en 2300 h pour les deux aciers 304L et 316L A T(36%). La transition amorçage vrai / amorçage multiple est observée plus tôt pour les aciers 316L A et B que pour l'acier 304L à niveau de pré-déformation comparable, ce qui va dans le sens d'une sensibilité à l'amorçage supérieure pour les aciers 316L A et B. En effet, une valeur critique du chargement relatif de 2,25 pour l'amorçage multiple est vérifiée par les données disponibles (5000 h pour l'acier 304L T(26%), 3000 h pour l'acier 316L A T(36%), et seulement 1400 h pour l'acier 316 L B T(36%)). Des essais supplémentaires, à plus faible contrainte, permettraient de valider ces seuils de contrainte pour les aciers 316L A et B, en particulier pour l'état de pré-déformation le plus important L(40%). Des essais complémentaires sur l'acier 304L dans les conditions testées pour les aciers 316L seraient nécessaires pour confirmer ou infirmer sa plus faible sensibilité à la CSC que les aciers 316L A et B.

On retiendra également que l'effet de la prise en compte des pénétrations sur la valeur de la densité linéique semble d'autant plus important que la densité d'amorces ouvertes est déjà élevée.

### 6.2.5.2. Profondeur de fissures

La profondeur de fissures rapportée dans la littérature est généralement la profondeur maximale observée. C'est la grandeur nécessaire pour déterminer si la transition propagation lente / propagation rapide a été franchie. Dans notre étude, des amorces, parfois nombreuses, ont été observées. Pour caractériser la distribution des profondeurs de fissures, il faut également connaître la profondeur moyenne et l'amplitude de la distribution. Cette dernière est généralement, à quelques micromètres près, identique à la profondeur maximale de fissuration.

Dans cette partie, seules les fissures seront prises en compte, et pas les pénétrations d'oxyde. La valeur de la profondeur moyenne serait diminuée par l'intégration des pénétrations d'oxyde, en lien avec leur densité linéique. Les profondeurs des pénétrations d'oxydes sont très faibles (entre 1 et 3  $\mu\text{m}$ ) et n'affectent donc pas la valeur de la profondeur maximale de fissuration.

Pour rendre compte de la sensibilité du matériau à l'amorçage, il est nécessaire d'avoir une vision représentative des profondeurs de la population de fissures issues d'un échantillon donné. C'est ce que nous allons d'abord tenter de réaliser en utilisant la profondeur moyenne des fissures de CSC.

La présentation des résultats en termes de profondeur maximale des fissures et de profondeur moyenne fournit des informations sur la facilité comparée de la transition propagation lente / propagation rapide. Dans un deuxième temps, les profondeurs maximales observées seront analysées et comparées aux données de la littérature.

#### 6.2.5.2.1 Profondeur moyenne des fissures de CSC

##### Acier 304 L

Sur la Figure 6-12, les courbes d'iso-profondeur moyenne (3  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ ) ont été positionnées. On remarque que l'amorçage est très difficile, avec une profondeur moyenne de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$  pour les états pré-déformés par traction en moins de 3000 h, y compris sous chargement relatif élevé (T(36%)). En moins de 3000 h, une pré-déformation par traction T(36%) n'est pas plus favorable à l'apparition d'amorces qu'un état de pré-déformation par traction T(26%), en dépit d'un chargement plus élevé. En 5000 h, seules des amorces de profondeur moyenne de 5  $\mu\text{m}$  ont été observées pour l'état T(26%), sans effet majeur du chargement mécanique sur la profondeur des fissures.

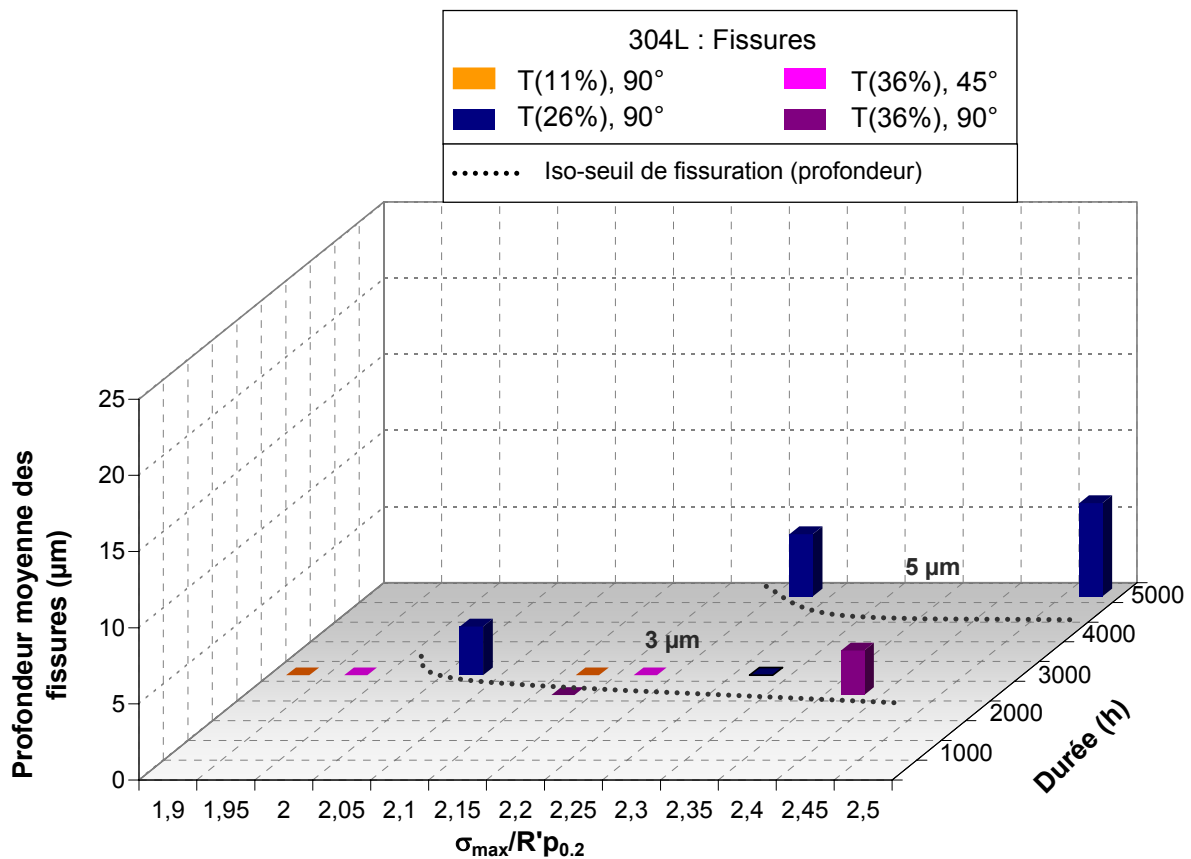


Figure 6-12 : Profondeur moyenne des fissures - Acier 304L pré-déformé par traction

La zone d'amorçage multiple identifiée précédemment est associée à des profondeurs de fissures moyennes au mieux de 5  $\mu\text{m}$  pour des durées longues et des chargements relatifs élevés (5000 h,  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} > 2,25$ ). La transition vers des défauts plus profonds nécessite probablement des durées d'essais supérieures à 5000 h pour les états pré-déformés par traction soumis à un chargement cyclique et pour les niveaux de contrainte étudiés.

L'ensemble de ces résultats semblent montrer la faible sensibilité à l'amorçage de l'acier 304L pré-déformé par traction que ce soit en termes de nombre de fissures ou en profondeurs mesurées, dans les conditions d'essai testées.



## Aciers 316 L A et B

Sur la Figure 6-13, les profondeurs moyennes ont été reportées dans l'espace chargement relatif / durée d'essai pour l'acier 316L A. Notamment, les courbes d'iso-profondeur moyenne de 3  $\mu\text{m}$  et 13  $\mu\text{m}$  ont pu être positionnées.

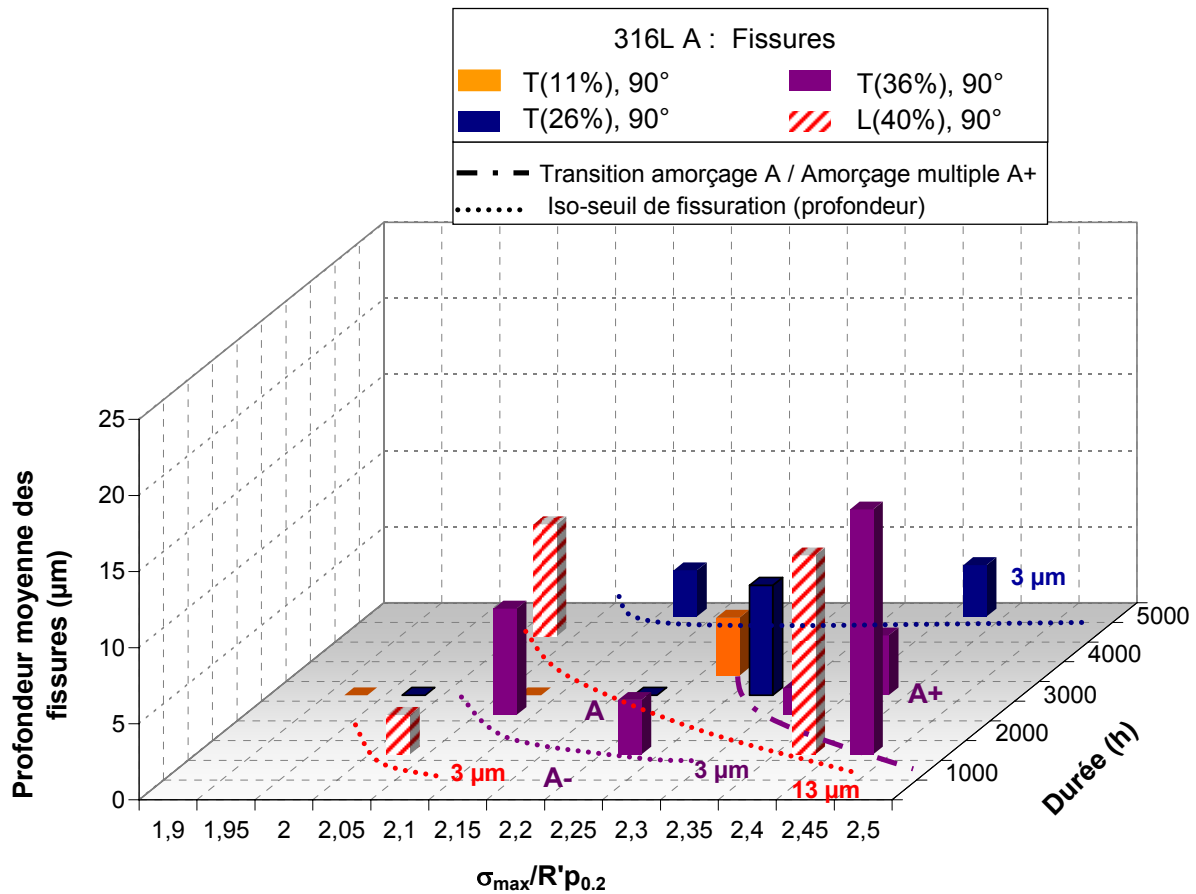


Figure 6-13 : Profondeur moyenne des fissures - Acier 316L A pré-déformé par traction ou par laminage

Les courbes d'iso-profondeur 3  $\mu\text{m}$  ont été positionnées pour trois niveaux de pré-déformation : T(26%), T(36%) et L(40%). Des points expérimentaux supplémentaires seraient toutefois nécessaires pour définir précisément l'allure de ces abaques. Cependant, le décalage des courbes d'iso-profondeur vers les temps longs et les chargements relatifs élevés est établi lorsque la pré-déformation diminue.

Les données expérimentales disponibles pour l'acier 316L A montrent que les premiers micromètres de fissuration peuvent être obtenus dès 1400 h pour des pré-déformations par traction T(36%) et par laminage L(40%). De plus, il semble que l'obtention de défauts supérieurs à 10  $\mu\text{m}$  soit atteinte plus facilement (contrainte relative plus faible ou temps plus courts) lorsque la pré-déformation est plus importante (pré-déformation par laminage L(40%)). Cette valeur correspond à la profondeur des fissures lors de la transition propagation lente / propagation rapide pour les matériaux laminés L(40%). La courbe d'iso-profondeur de 13  $\mu\text{m}$  pour l'état pré-déformé par laminage peut donc être considérée en première approximation comme la courbe seuil de transition propagation lente / propagation rapide pour une pré-déformation par laminage L(40%).

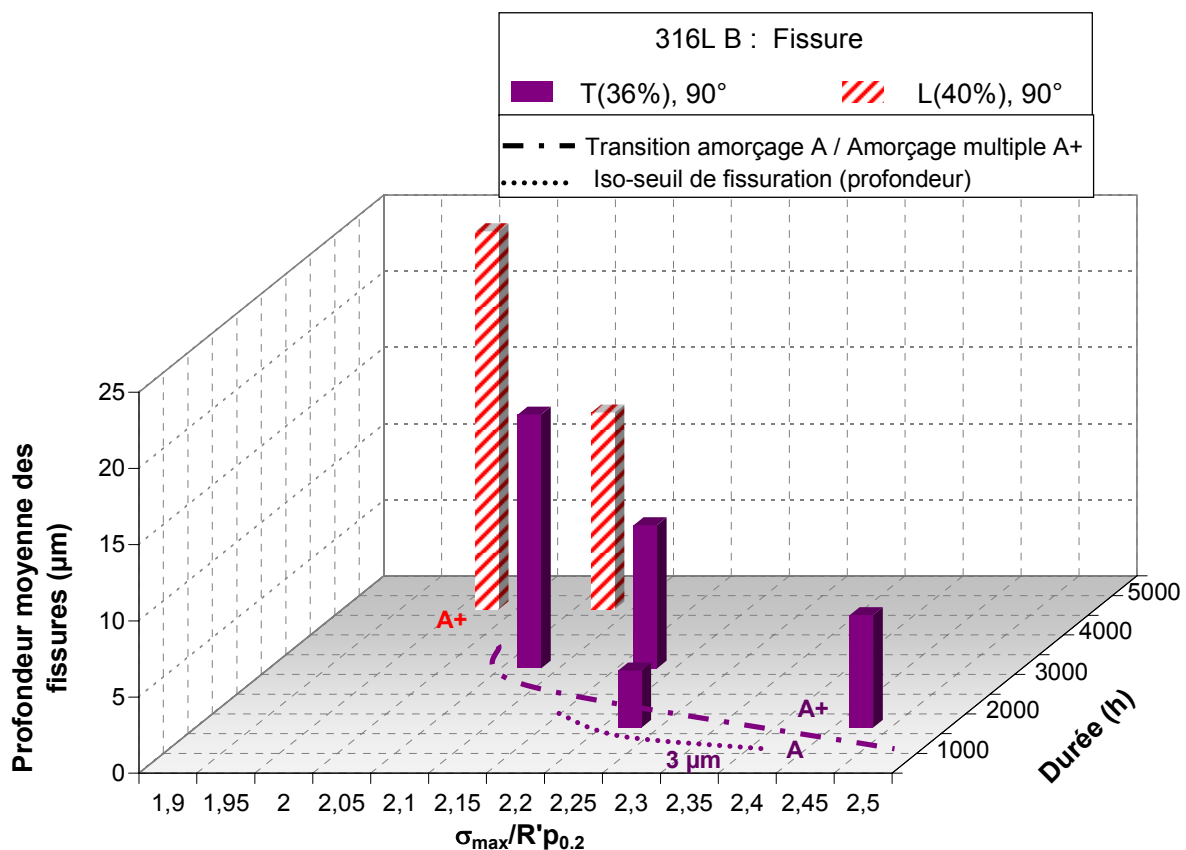
Pour les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%), la profondeur critique atteinte lors de la transition propagation lente / propagation rapide est comprise entre 20 et 50  $\mu\text{m}$ . Cette transition n'a pas pu être définie précisément pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%), en l'absence d'évolution nette de la profondeur moyenne des fissures, malgré des points expérimentaux rapprochés (chargements relatifs élevés entre 2,3 et 2,45, temps courts entre 1400 et 3000 h). Il sera alors nécessaire d'utiliser un critère en profondeur maximale pour tenter de positionner le domaine de transition propagation lente / propagation rapide.

On retiendra que l'intégration des pénétrations d'oxyde dans le calcul de la profondeur moyenne des fissures se traduit globalement par une diminution des profondeurs moyennes observées, sans que les conclusions précédentes ne soient modifiées.

Pour l'acier 316L B, des amorces de 3 µm de profondeur ont été observées dès 1400 h pour l'état pré-déformé par traction T(36%), ce qui est équivalent aux observations effectuées sur l'acier 316L A pour deux états de pré-déformation L(40%) et T(36%), Figure 6-14. Les densités linéiques associées sont comparables. Il n'y a donc pas de différence de sensibilité à l'amorçage vrai entre les aciers 316L A et 316L B.

Par contre, dès que les fissures ont dépassé la dizaine de microns, une différence significative de profondeur moyenne est observée. Les fissures sont alors plus profondes pour l'acier 316L B que pour l'acier 316L A pour une pré-déformation par laminage L(40%). A couple de chargement relatif et de durée équivalents, il semble que la propagation des fissures soit plus rapide dans l'acier 316L B L(40%) que dans l'acier 316L A L(40%) dès qu'une profondeur individuelle d'environ 10 µm est atteinte.

Pour une pré-déformation par traction T(36%), la profondeur moyenne des fissures est généralement plus élevée pour l'acier 316L B que pour l'acier 316L A à chargement relatif et durée équivalents. Il est possible que certaines fissures aient franchi la transition propagation lente / propagation rapide pour l'acier 316L B T(36%). Ce dernier point devra être vérifié avec un critère en profondeur maximale.



**Figure 6-14 : Profondeur moyenne des fissures - Acier 316L B pré-déformé par traction ou par laminage**

La courbe d'iso-profondeur moyenne égale à 3 µm pour l'acier 316L B pré-déformé par traction T(36%) est positionnée à titre indicatif : seule une des combinaisons expérimentales a donné lieu à une profondeur moyenne de 3 µm. De plus, tous les essais ont donné lieu à un amorçage multiple, les limites des domaines d'amorçage ne sont donc pas optimisées.

#### 6.2.5.2.2 Profondeur maximale observée

La profondeur maximale observée des fissures de CSC est une donnée expérimentale facilement accessible qui permet de comparer les essais entre eux et de déterminer si les conditions d'essais ont permis :

- l'amorçage d'un défaut en fond d'entaille pour cette étude. Un critère de 1  $\mu\text{m}$  de profondeur a été utilisé pour identifier les amorces.
- la propagation du défaut en régime lent.
- la transition propagation lente / propagation rapide. La profondeur de fissure à laquelle intervient cette transition n'est pas connue avec exactitude pour les couples matériau / pré-déformation de cette étude. Nous l'estimons à 50  $\mu\text{m}$  à partir des données de la littérature disponibles pour l'acier 304L à l'état de réception dans le cas d'un trajet de chargement monotone (Couvant 2004 a et b).
- éventuellement la ruine de l'éprouvette.

Par contre, un critère en profondeur maximale ne fournit aucune information quant à la réalisation d'un amorçage multiple.

La valeur de la profondeur maximale observée ( $a_{\text{max}}$ ) n'est pas modifiée par la prise en compte des pénétrations d'oxyde qui sont généralement de dimension inférieure à la moyenne des fissures. Ainsi l'évolution de la profondeur maximale est représentée pour les fissures uniquement.

La profondeur maximale des fissures est représentée dans l'espace chargement relatif  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  / durée d'essai pour des gammes de niveau de chargement relatif et de durée respectives de [1,90 : 2,5] et [1400 : 5000] heures. La représentation est limitée à 100  $\mu\text{m}$  pour la profondeur maximale observée. En effet, au-delà de 100  $\mu\text{m}$ , la fissure est indubitablement en phase de propagation rapide.

#### Acier 304L

La transition vers l'étape de propagation rapide n'a pas pu être observée pour l'acier 304L pré-déformé par traction (T11%, T26% et T36%). Toutefois, les données d'essai (Figure 6-15) montrent pour l'acier 304L T(26%) que :

- en 3000 h des amorces de quelques micromètres sont détectées.
- pour un chargement relatif  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  voisin de 2,3, il faut attendre 5000 h pour atteindre 15 à 20  $\mu\text{m}$  de profondeur maximale.
- en 5000 h, aucun effet significatif du chargement n'est observé sur la profondeur maximale des fissures pour un rapport  $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$  compris entre 2,3 et 2,5. Pour les niveaux de pré-déformation faibles, il semble que l'étape d'amorçage vrai (apparition du défaut) dépende essentiellement de la durée d'exposition sous contrainte, du moins lorsque le chargement relatif appliqué est élevé.

Toutefois l'acier 304L n'a pas été testé dans les conditions les plus sévères de l'étude : pré-déformation par laminage L(40%) avec éventuellement un niveau de chargement relatif élevé ( $\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}} > 2,25$ ).

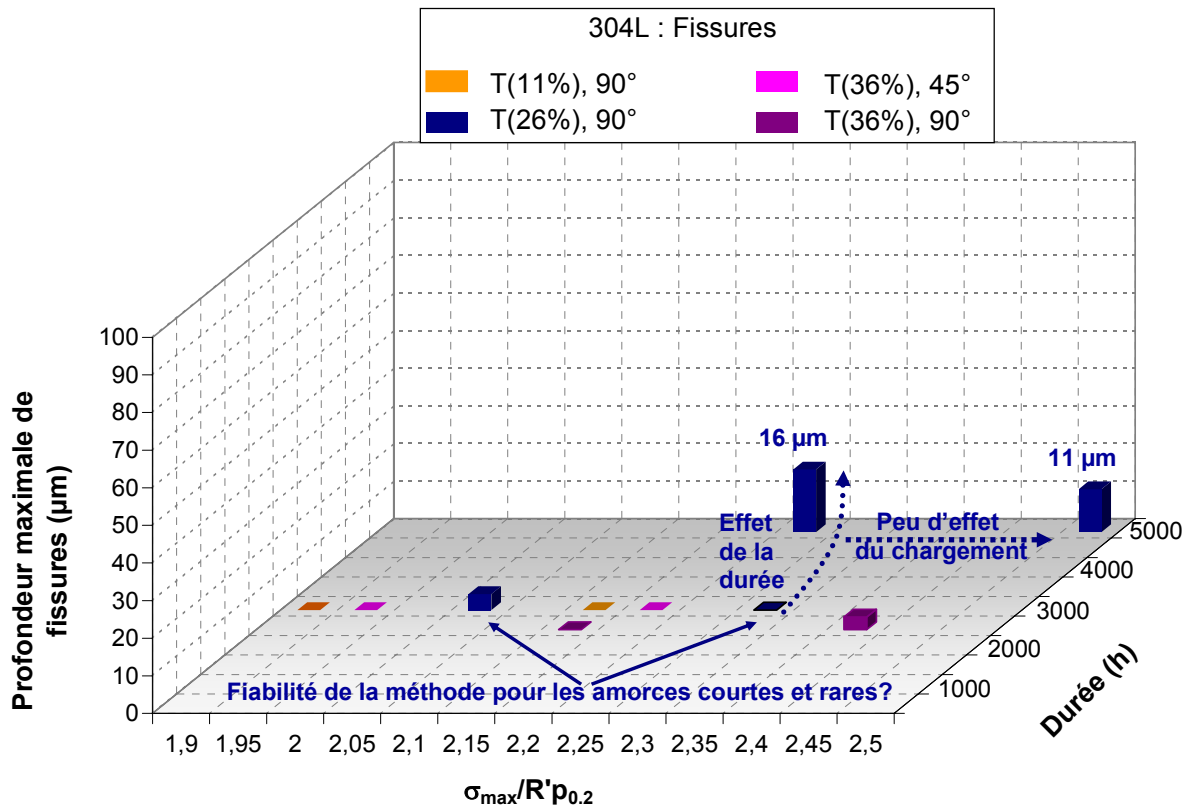


Figure 6-15 : Profondeur maximale des fissures - Acier 304L pré-déformé par traction

Acier 316L A

Notons que la base des données expérimentales est plus riche pour cet acier que pour l'acier 304L. Les courbes d'iso-profondeur maximale (5 à 10 µm) ont été positionnées (Figure 6-16) pour deux états de pré-déformation par traction : T(36%) et T(26%). Comme pour l'acier 304L, il semble que le chargement n'ait pas d'effet sur la profondeur maximale de fissures mesurée pour l'état de pré-déformation T(26%) après 5000 h d'exposition au milieu primaire simulé sous un chargement relatif élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2 \text{ } 360^{\circ}\text{C}} = 2,15 \text{ et } 2,4$ ). Par contre, plus la pré-déformation est faible et plus la courbe d'iso-profondeur  $a_{\max} = 5\text{-}10 \text{ }\mu\text{m}$  est décalée vers les temps longs et les chargements relatifs élevés. On remarquera que la courbe d'iso-profondeur maximale de 3 µm pour l'état laminé L(40%) est positionnée aux temps courts et chargement relatif faible par rapport aux valeurs testées dans cette étude.

De plus, des fissures profondes (> 20 µm) ont été observées pour les états de pré-déformation les plus sévères L(40%) et T(36%). L'augmentation de la durée d'essai et / ou l'augmentation du chargement relatif sont alors favorables à la propagation des fissures. L'obtention de profondeurs maximales élevées peut également être associée à un effet de l'état de surface qui, comme nous l'avons vu précédemment (Chapitre 5, Paragraphes 5.4 et 5.5), peut jouer sur la profondeur des fissures.

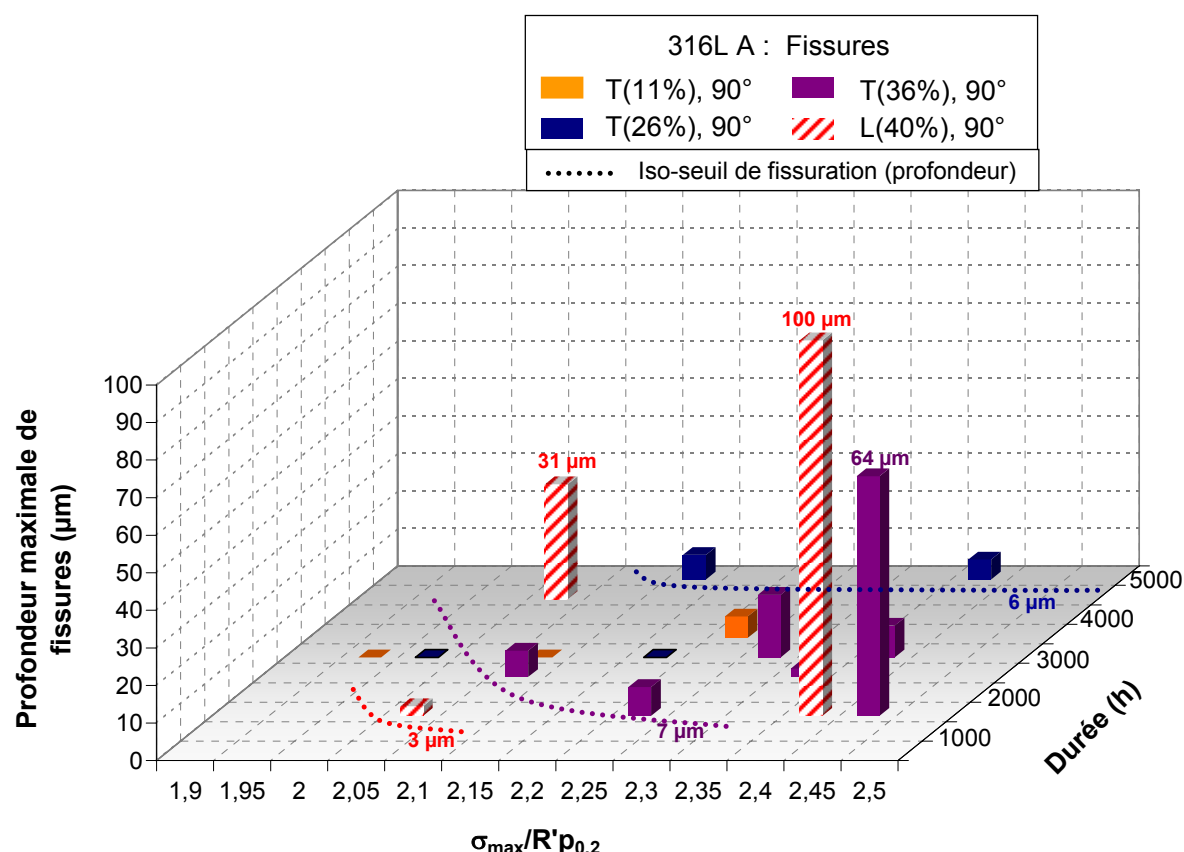


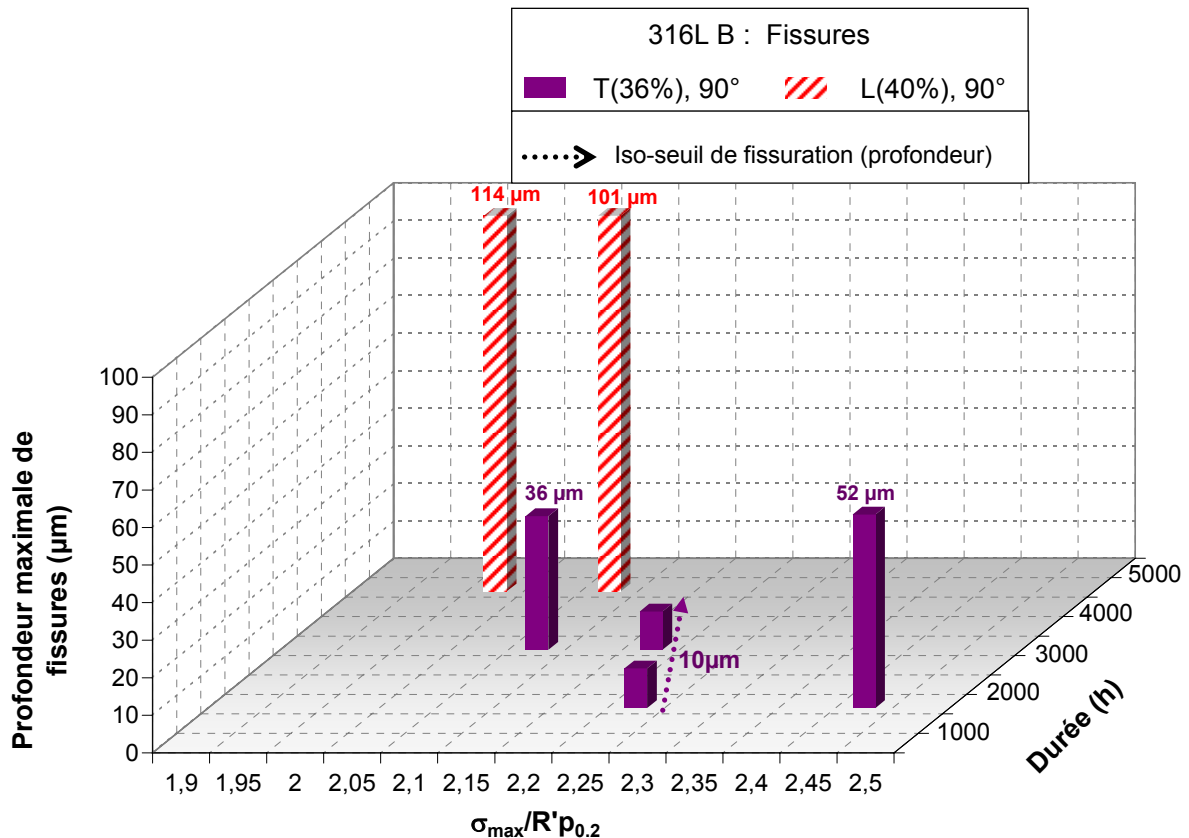
Figure 6-16 : Profondeur maximale des fissures - Acier 316L A pré-déformé par traction ou par laminage

#### Acier 316L B

Pour l'acier 316L B, les conditions d'essai ont toutes donné lieu à une profondeur maximale observée supérieure à 10 μm (Figure 6-17). Pour l'état de pré-déformation le plus sévère (L(40%)), des fissures en mode propagation rapide ont été observées. La transition propagation lente / propagation rapide a également été franchie pour l'état pré-déformé par traction pour un chargement relatif élevé ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} \text{ à } 360^\circ\text{C} = 2,45$ ) en 1400 h seulement. Pour les chargements relatifs intermédiaires, la transition propagation lente / propagation rapide pourrait avoir été franchie. Une fissure de 36 μm de profondeur a été observée, ce qui se situe dans l'intervalle défini pour la profondeur critique.

Les différences de profondeur maximale entre les acier 316L A et B portent essentiellement sur l'état de pré-déformation par laminage L(40%). Cette différence s'explique donc par l'effet du trajet de chargement, ici associé aux nombres de passes de laminage. Toutefois, pour une pré-déformation par traction T(36%), il semble que la profondeur maximale atteinte soit également plus élevée pour l'acier 316L B que pour l'acier 316L A. Cette tendance, qu'il faudrait confirmer, pourrait être liée à la taille de grains. Par contre, les valeurs de l'EDE ne permettent pas d'expliquer une sensibilité plus grande de l'acier 316L B.

La Figure 6-17 est complétée avec les données du CEA pour dégager des tendances relatives à l'amorçage et à la transition propagation lente / propagation rapide.



**Figure 6-17 : Profondeur maximale des fissures - Acier 316L B pré-déformé par traction et par laminage**

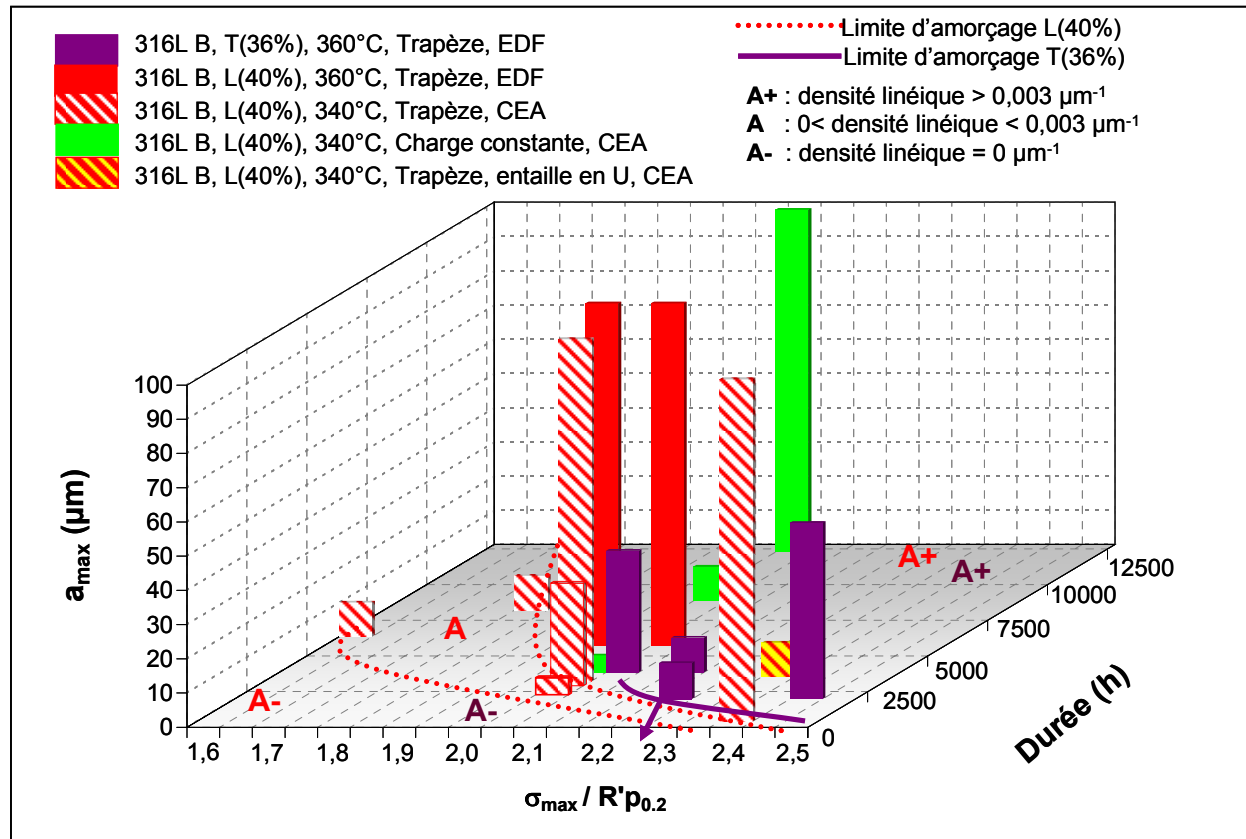
Seules les profondeurs de fissures maximales observées ont été rapportées dans la littérature (Annexe A.1). Les données disponibles portent exclusivement sur l'acier 316L B laminé jusqu'à 40% de réduction d'épaisseur puis soumis à un chargement mécanique trapèze ou constant en milieu primaire simulé.

L'ensemble des données issues des essais EDF et CEA sur l'acier 316L B est représenté sur la Figure 6-18 dans l'espace 3D :  $(\sigma_{\max}/R'p_{0.2})$  / temps / profondeur maximale observée. L'échelle des profondeurs maximales est limitée aux 100 premiers micromètres. Au-delà, les fissures sont clairement en mode propagation rapide. L'espace  $\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$  vs temps comporte trois grands domaines définis par la valeur de la densité linéique :

- un domaine de non-fissuration,
- un domaine critique d'amorçage,
- un domaine d'amorçage multiple.

On considérera ici que le domaine critique d'amorçage correspond à des amorces de profondeur maximale de 5 à 10  $\mu\text{m}$ . Ainsi, les profondeurs retenues sont supérieures aux premiers micromètres de fissuration associés à l'amorçage vrai tout en restant inférieures à la profondeur critique de transition propagation lente / propagation rapide (comprise entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  pour une pré-déformation par laminage L(40%)). De plus, les essais sous charge constante ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2} \approx 2,05$ ) montrent que les premiers micromètres de fissuration sont obtenus relativement rapidement (3000 h sous 1460 MPa pour l'acier 316L B L(40%)). C'est la transition vers des fissures plus profondes qui semble être l'étape limitante de la CSC.

On vérifie que l'amorçage vrai est d'autant plus facile à observer que le matériau est pré-déformé. Il en est de même pour l'amorçage multiple, associé ci-dessus à des profondeurs comprises entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ , et pour la transition propagation lente / propagation rapide. Une pré-déformation L(40%) décale les courbes limites d'amorçage vers les temps courts et les chargements relatifs ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$ ) faibles. On rappelle que sous chargement constant, l'amorçage est obtenu plus tardivement que sous chargement cyclique : le domaine d'amorçage est décalé vers les temps longs.



**Figure 6-18 : Profondeur maximale des fissures - Acier 316L B pré-déformé par traction et par laminage  
Résultats EDF et CEA**

Comparons l'effet de l'état de pré-déformation pour chacun des matériaux.

- Les aciers 316L A et 304L pré-déformés par traction ne présentent pas de différences significatives des domaines d'amorçage dans l'espace chargement relatif / durée d'essai, au vu de la base de données actuelle, qu'il conviendrait de compléter par des essais sur l'acier 304L laminé L(40%).
- L'amorçage et le stade de propagation rapide sont plus faciles à atteindre (des durées plus courtes et / ou contraintes plus faibles) lorsque la pré-déformation est plus importante.
- Pour les mêmes conditions d'essais (pré-déformation, chargement, durée), si l'amorçage est vérifié pour l'acier 316L B, il est également vérifié pour l'acier 316L A. Toutefois, les fissures obtenues sont systématiquement plus profondes pour l'acier 316L B. Cela peut signifier un décalage des domaines d'amorçage et de propagation vers les durées courtes et les contraintes faibles pour l'acier 316L B. Cette différence peut être interprétée par une vitesse de propagation lente plus élevée pour l'acier 316L B si la profondeur critique de transition propagation lente / propagation rapide est, comme nous l'avons supposé, identique pour les deux matériaux à pré-déformation équivalente. Une deuxième hypothèse repose sur la seule différence de cinétique de propagation rapide. Dans cette hypothèse, les profondeurs seraient équivalentes pour les deux matériaux, jusqu'au franchissement de la transition propagation lente / propagation rapide à partir de laquelle, les fissures seraient plus profondes pour l'acier 316L B du fait de la cinétique de propagation.

L'analyse en profondeur maximale ne considère que la fissure principale qui pourrait mener après propagation à la ruine de l'éprouvette. Toutefois la durée d'amorçage et de propagation lente représente la partie la plus conséquente du temps à rupture des échantillons, et en ce sens, le temps nécessaire à la transition lente / rapide de la fissure principale peut suffire pour calibrer un modèle semi-empirique type modèle des indices (Boudot 1992).



### 6.2.5.3. Conclusion

La prise en compte des pénétrations d'oxyde dans le calcul du paramètre «densité linéique» entraîne un décalage des domaines d'amorçage vrai et d'amorçage multiple ainsi que des courbes d'iso-profondeur moyenne vers les durées d'essais plus courtes et les niveaux de chargements plus faibles. En particulier, la prise en compte des pénétrations rapproche les domaines d'amorçage vrai (présence d'au moins une fissure de profondeur supérieure à 1 µm) et d'amorçage multiple (densité linéique > 0,003 µm<sup>-1</sup>). On rappelle que le seuil d'amorçage a un intérêt statistique. La valeur de 0,003 µm<sup>-1</sup> avait été retenue comme correspondant à une densité de fissures suffisamment élevée pour que la méthode d'observation des amorces et des pénétrations d'oxyde sur coupe puisse être considérée comme fiable et représentative. De plus, les effets du chargement relatif, de la durée d'essai et du niveau de pré-déformation demeurent inchangés lorsque les pénétrations d'oxyde sont intégrées au calcul de la densité linéique. Il reste que l'incertitude quant à l'évolution ou non des pénétrations d'oxyde en amorces, rend délicate leur prise en compte pour caractériser l'amorçage. De plus, les pénétrations d'oxyde n'ont pas d'effet sur le paramètre «profondeur maximale», qui est le seul à être rapporté dans la littérature.

Le dépouillement des données d'essais en termes de densité linéique a précédemment mis en évidence un décalage important des zones critiques d'amorçage (A) et d'amorçage multiple (A+) lorsque l'on passe d'un état pré-déformé T(36%) à un état pré-déformé L(40%) ce qui est cohérent avec l'analyse en profondeur maximale et en profondeur moyenne. Cette transition correspond à la courbe d'iso-profondeur moyenne de 3 µm pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%). Pour l'acier 316 L B pré-déformé dans les mêmes conditions, cette transition semble également coïncider avec la courbe d'iso-profondeur de 3 µm. D'autre part, la profondeur maximale semble être le paramètre pertinent pour définir le passage, une fois dans le domaine d'amorçage multiple, entre propagation lente et propagation rapide. Ce critère est atteint relativement plus facilement pour l'acier 316L B, puis pour l'acier 316L A et enfin pour l'acier 304L. Malheureusement, aucun essai n'a été réalisé sur l'acier 304L pré-déformé par laminage. Ces essais complémentaires devront donc être menés afin de valider les conclusions sur la sensibilité relative de l'acier 304L à l'amorçage.

Notons que la sensibilité à l'amorçage semble être associée à deux paramètres : la composition chimique de l'acier (effet matériau) et l'état de surface en fond d'entaille dont nous parlerons plus loin (voir Paragraphe 6.3.4). L'état microstructural (taille de grains, mécanismes de déformation) semble piloter la transition propagation lente / rapide.

Nous avons vu qu'il existe plusieurs possibilités pour définir l'amorçage des fissures de CSC (amorçage vrai, amorçage multiple, amorçage expérimental). Chacun de ces critères dépend des moyens d'observation utilisés et ne correspond pas nécessairement à la manifestation des mêmes phénomènes physico-chimiques (amorces, propagation lente, propagation rapide). C'est pourquoi nous souhaitons introduire un critère appelé le critère global. Il rend compte de la sensibilité globale à l'amorçage, la densité de fissures et la longueur moyenne des fissures intervenant dans le calcul de sa valeur.

### 6.2.6. Critère global d'amorçage

Nous avons vu que les résultats d'amorçage sont à considérer à la fois en termes de nombre de fissures et de profondeur de fissures. La profondeur des amorces présente une certaine dispersion, qui a été décrite pour chaque couple condition de chargement / état de surface sous la forme d'un histogramme de profondeur de fissures (Chapitre 5, Paragraphes 5.3, 5.4 et 5.5).

La sensibilité à l'amorçage est d'autant plus grande que les fissures sont nombreuses et profondes. L'utilisation d'un critère intégrant le nombre et la profondeur des amorces permettra de comparer plus facilement la sensibilité des différents matériaux testés vis-à-vis des critères d'amorçage vrai et d'amorçage multiple qui ont été retenus. C'est le critère global (CG), défini dans le Chapitre 4, Paragraphe 4.2 :

$$CG = \frac{n \times \sum_{i=1}^n p_i}{m \times l_{arc}} \quad \text{6-3}$$

avec  $n$  le nombre de fissures,  $p_i$  la profondeur de la  $i^{\text{ème}}$  fissure,  $m$  le nombre d'observations et  $l_{\text{arc}}$  la longueur de l'arc de cercle en fond d'entaille sur laquelle les observations ont été réalisées.

Le critère global est représenté dans l'espace  $\sigma_{\text{max}}$  – durée d'essai afin de déterminer l'effet de la contrainte sur cet indicateur et de préparer une future application du modèle des indices.

Pour l'acier 304L, le seuil de détection de l'amorçage vrai, appelé par la suite  $CG_{\text{sa}}$ , correspond à une valeur du critère global fixée à 0,017 pour un chargement relatif appliqué de 2,35 pendant 2300 h. Cette valeur est obtenue pour l'acier 304L pour les états de pré-déformation T(36%), 90° et T(26%), 90° ainsi que pour l'acier 316L A pré-déformé T(36%) 90°. On rappelle que les amorces observées étaient à la fois rares et courtes, ce qui rendait l'interprétation délicate. On remarque que la durée nécessaire pour atteindre la valeur de 0,017 est de 3000 h pour l'état T(26%) et seulement de 2300 h pour l'état T(36%), soit une diminution de la durée proche de 25% (Figure 6-19).

La valeur de cet indicateur (CG) est au moins augmentée d'un facteur 10 lorsque la durée d'essai est augmentée de 40% (3000 h à 5000 h) sous un chargement relatif équivalent. Par exemple, après 5000 h d'essai, le critère global prend une valeur minimale de 0,1 pour l'acier 316L A T(26%) et une valeur minimale de 0,4 pour l'acier 304L. Dans ces conditions, la détection de l'amorçage est aisée sur coupe. Pour la suite, nous définirons donc une valeur seuil  $CG_{\text{sm}}$  fixée arbitrairement à 0,1 pour laquelle l'amorçage multiple sera considéré comme avéré, et ce quel que soit le matériau. La zone intermédiaire (critère global compris entre  $CG_{\text{sa}}$  et  $CG_{\text{sm}}$ ) est la zone d'apparition des amorces et des pénétrations et de leur évolution éventuelle en fissures.

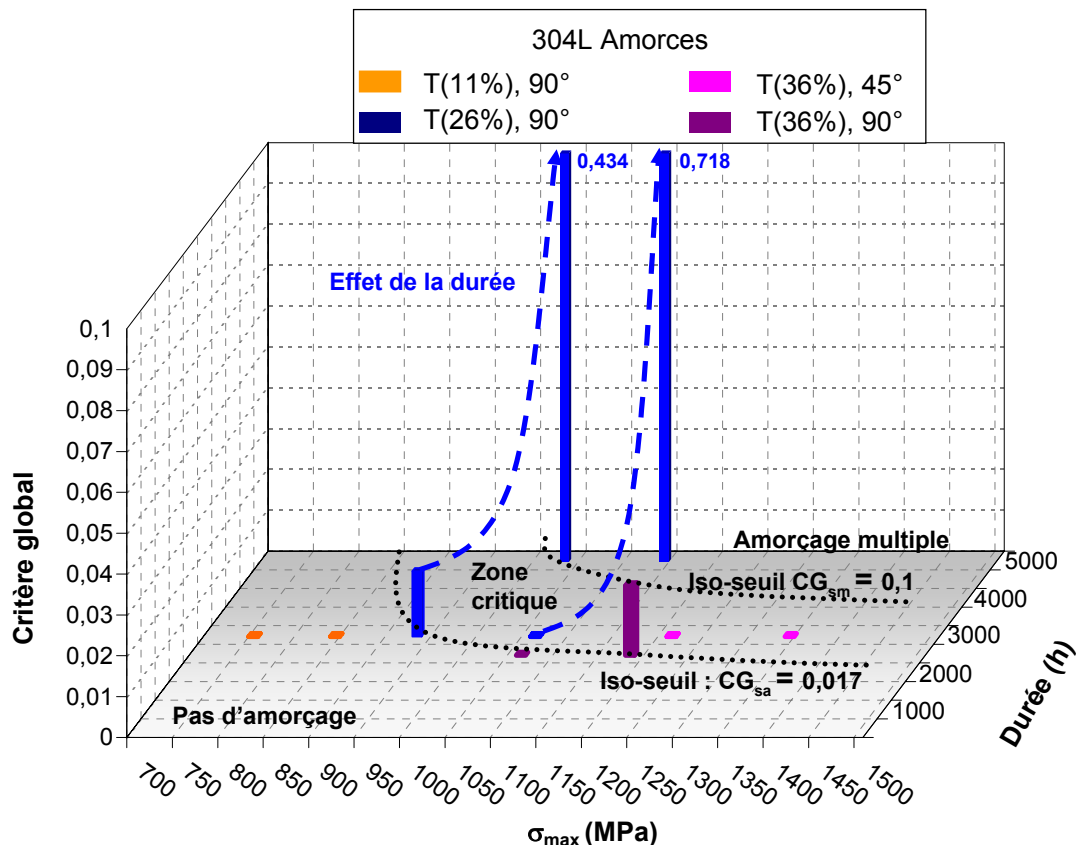


Figure 6-19 : Critère global. Acier 304L pré-déformé par traction. Position des iso-seuils d'amorçage vrai ( $CG_{\text{sa}}$ ) et d'amorçage multiple ( $CG_{\text{sm}}$ )

On peut noter Figure 6-20 et Figure 6-21 pour les aciers 316L A et B que l'échelle du critère global s'étend de 0 à 1, soit une amplitude de valeur 10 fois plus grande que pour l'acier 304L (Figure 6-19). En effet pour les aciers 316L A et B, les valeurs du critère global mesurées au cours de nos essais sont supérieures à  $CG_{\text{sm}}$  et atteignent même des valeurs 10 à 100 fois supérieures. On rappelle qu'une valeur élevée du critère global est obtenue pour des amorces nombreuses et profondes. Cela peut traduire le passage en mode propagation rapide des fissures. En conservant, faute de mieux, une valeur seuil de 50  $\mu\text{m}$  pour la transition propagation lente / propagation rapide des aciers 316L A et B pré-déformés par traction, nous pouvons définir une autre valeur seuil, fixée à 1 pour caractériser

cette transition, soit  $CG_p$ . En effet, les valeurs du critère global, calculées pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage ayant donné lieu à des fissures en mode de propagation rapide (soit une profondeur supérieure à 10  $\mu\text{m}$  à 20  $\mu\text{m}$ ), sont en effet toutes très élevées et comprises entre 0,763 et 7,166. Le critère  $CG_p$  sera donc utilisé par la suite pour les trois matériaux quel que soit le niveau de pré-déformation.

Une valeur élevée du critère global ( $CG = 0,447$ ) a été observé pour un essai sur l'acier 316L A pré-déformé par traction T(11%). Une densité très élevée de courtes amorces a été observée (profondeur moyenne de 4  $\mu\text{m}$ ). L'état d'amorçage obtenu pour cet essai en 3300 h est anormalement avancé par rapport à l'ensemble des résultats obtenus sur les états pré-déformés par traction. Cet essai ayant été réalisé sur une unique entaille, le choix a été fait de ne pas l'utiliser pour la définition des domaines d'amorçage. Ce résultat nécessite en effet une confirmation afin de vérifier qu'il ne résulte pas d'un artefact expérimental ou simplement de la borne supérieure pour la dispersion expérimentale.

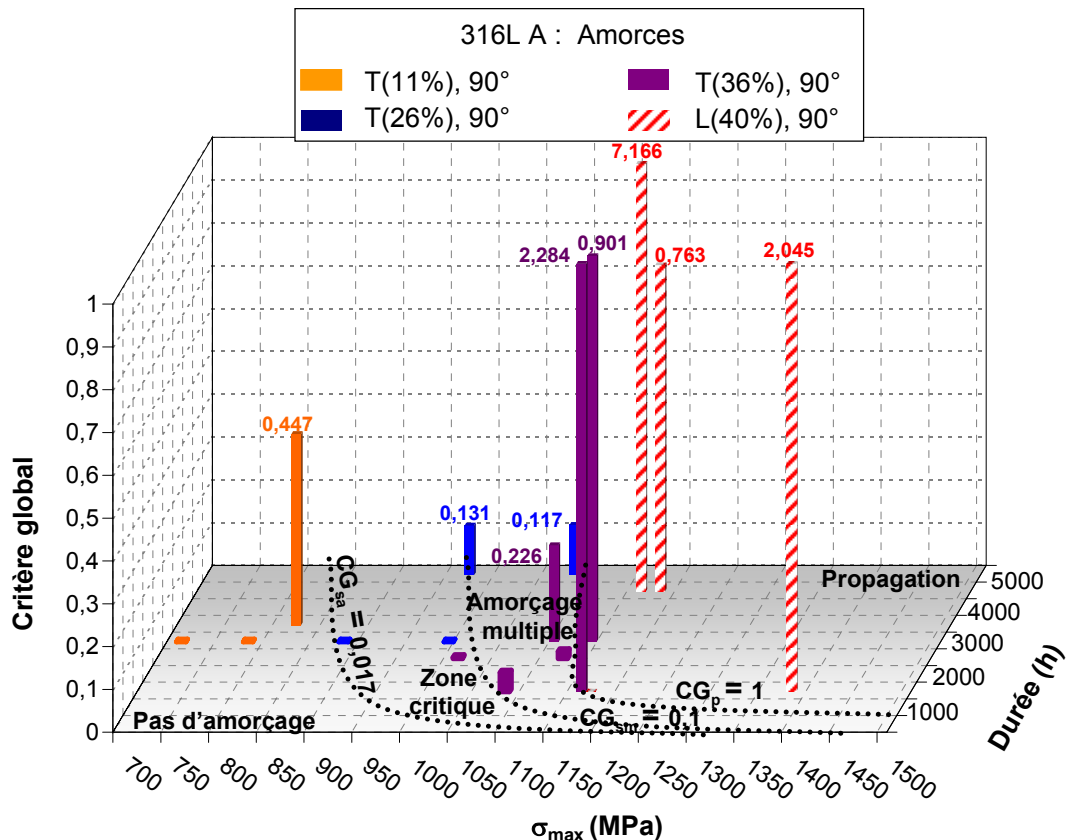


Figure 6-20 : Critère global. Acier 316L A pré-déformé par traction ou par laminage. Position des iso-seuils d'amorçage vrai ( $CG_{sa}$ ), d'amorçage multiple ( $CG_{sm}$ ) et de propagation ( $CG_p$ )

Pour l'acier 316L B, toutes les valeurs du critère global mesurées au cours de nos essais sont supérieures à  $CG_{sm}$  et atteignent même des valeurs 10 à 100 fois supérieures. Il n'a donc pas été possible de situer le domaine critique d'amorçage, car aucun essai ne se trouve sur l'iso-seuil  $CG_{sa}$ . Il est localisé vers des contraintes et des temps inférieurs à ceux des points expérimentaux. Des valeurs très élevées du critère global sont mesurées pour les fissures ayant franchi la transition propagation lente / propagation rapide.

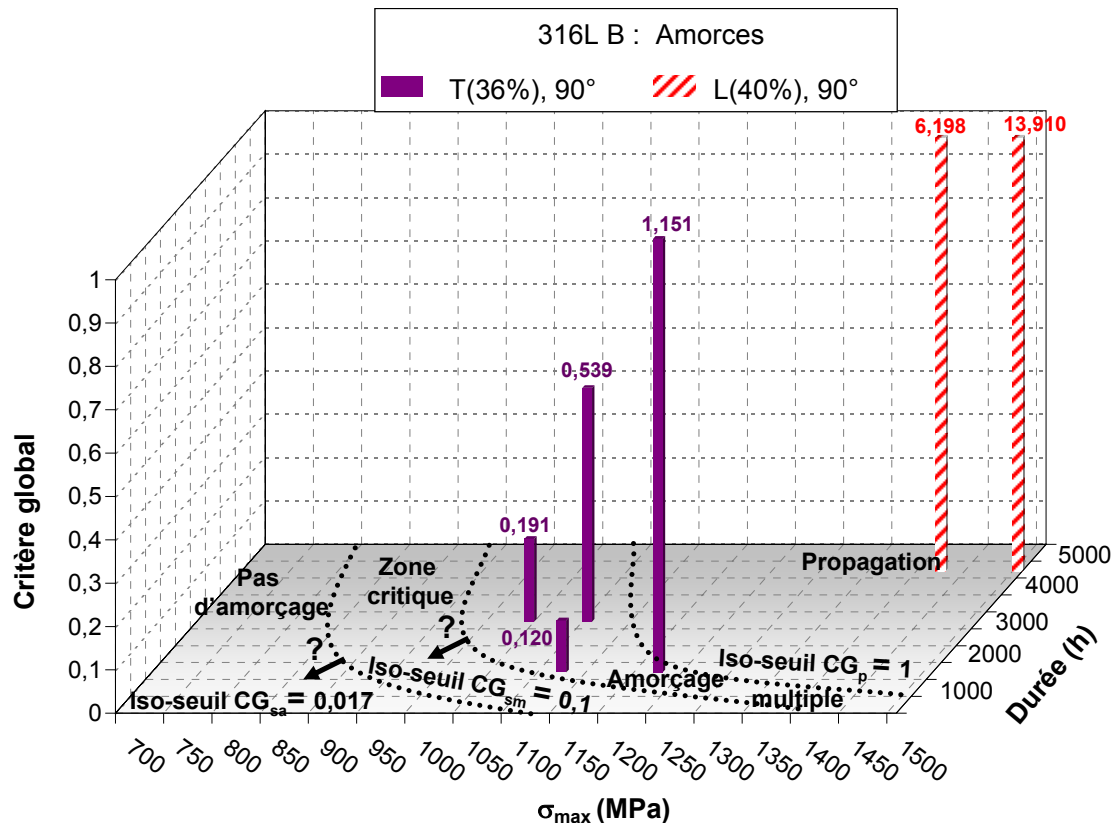


Figure 6-21 : Critère global. Acier 316L B pré-déformé par traction ou par laminage. Position des iso-seuils d'amorçage vrai ( $CG_{sa}$ ), d'amorçage multiple ( $CG_{sm}$ ) et de propagation ( $CG_p$ )

Afin de représenter sur le même graphique les valeurs expérimentales du critère global dans un espace intégrant les quatre variables d'essais (matériau, pré-déformation, durée et contrainte maximale), le paramètre contrainte maximale\*durée d'essai/1000 est utilisé.

Comme mentionné, un état d'amorçage particulièrement avancé a été observé pour un essai sur l'acier 316L A pré-déformé par traction T(11%) par rapport à l'ensemble des résultats obtenus sur les états pré-déformés par traction. L'amorçage est un phénomène statistique. Ce résultat n'a pas été confirmé par des répétitions de l'essai, il n'a pas été pris en compte pour la détermination des résultats expérimentaux.

Les trois matériaux ont globalement une réponse identique aux essais de CSC, le décalage dans l'espace ( $\sigma_{max}$ \*temps / pré-déformation / critère global) est dû aux différences de limite d'écoulement (Figure 6-22).

Cette représentation met en évidence un fort effet de la pré-déformation sur la valeur du critère global. Plus la pré-déformation est importante, plus l'amorçage sera facile à obtenir, i.e. pour des durées courtes et des contraintes faibles par rapport à sa limite d'élasticité. Moins le matériau est pré-déformé, plus le domaine d'amorçage proprement dit (sans propagation) est grand. Plus le matériau a été préalablement pré-déformé, plus les fissures propagent facilement.

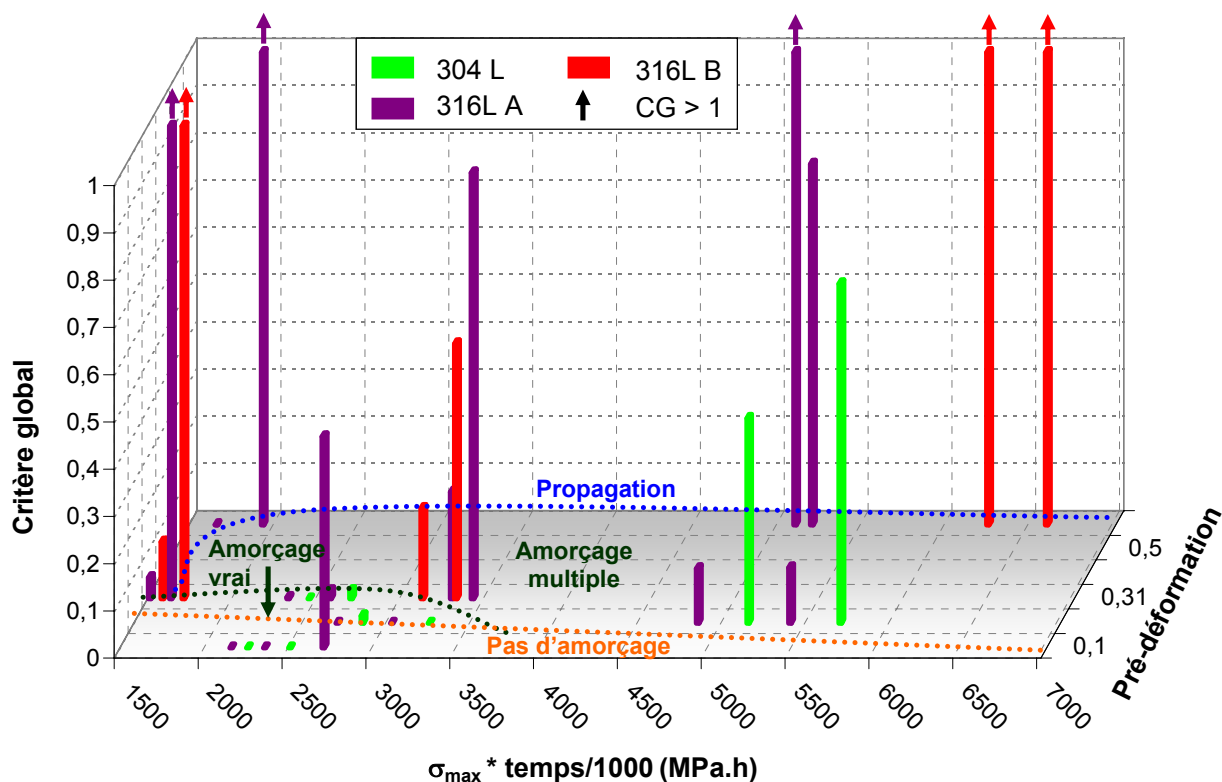


Figure 6-22 : Effet de la pré-déformation sur le critère global d'amorçage. Aciers 304L, 316L A et B, pré-déformés par traction ou par laminage

On remarquera également qu'avec ce type de représentation, la sensibilité à l'amorçage de la CSC des aciers 316L A et B en fonction du facteur  $\sigma_{\max} \cdot \text{temps}$  apparaît très proche. Cette représentation du critère global montre qu'il y a peu de différence entre l'acier 304L et 316 L A pour les valeurs faibles du facteur  $\sigma_{\max} \cdot \text{temps}$ . Par contre pour les valeurs élevées du facteur  $\sigma_{\max} \cdot \text{temps}$ , les valeurs du critère global sont plus élevées pour l'acier 304L que pour l'acier 316L A à pré-déformation équivalente. Des données supplémentaires sont donc nécessaires pour conclure quant à l'effet du matériau.

Dans le modèle des indices appliqué à l'alliage 600, le temps à rupture, qui est voisin du temps à l'amorçage, dépend de la contrainte en service élevée à la puissance 4. On rappelle, de plus, que le modèle des indices, dans sa forme actuelle, ne rend pas compte de l'effet du trajet de chargement. A partir des données d'amorçage réunies par le CEA et dans cette étude, il est possible d'étudier la forme de chacun des indices du modèle appliqué aux aciers inoxydables, en s'intéressant en particulier à l'indice de contrainte.

### 6.3. Modèle des indices

Pour l'ingénierie, la prédiction du temps à rupture d'un composant est basée sur le modèle des indices (Chapitre 2, Paragraphe 2.4.1). Ce modèle, utilisé sur le parc français, est un modèle déterministe initialement développé pour estimer la durée de vie des composants en alliage 600. Ce modèle est basé sur la comparaison des conditions de fonctionnement en centrale avec les premières observations de fissures en service. Le modèle des indices prend la forme d'une relation empirique entre la durée  $t$  minimale pour la fissuration d'un composant, l'indice de sensibilité d'un composant ( $I_m$ ), la contrainte ( $I_\sigma$ ) et la température ( $I_\theta$ ) en service.

$$t = \frac{10000}{I_m \cdot I_\theta \cdot I_\sigma} \quad 6-4$$

L'étape d'amorçage (incubation et propagation lente) représente l'essentiel du temps à rupture d'un composant. L'objectif est donc de paramétrer la durée nécessaire pour atteindre la transition propagation lente / propagation rapide. Le modèle des indices prend alors la forme suivante :

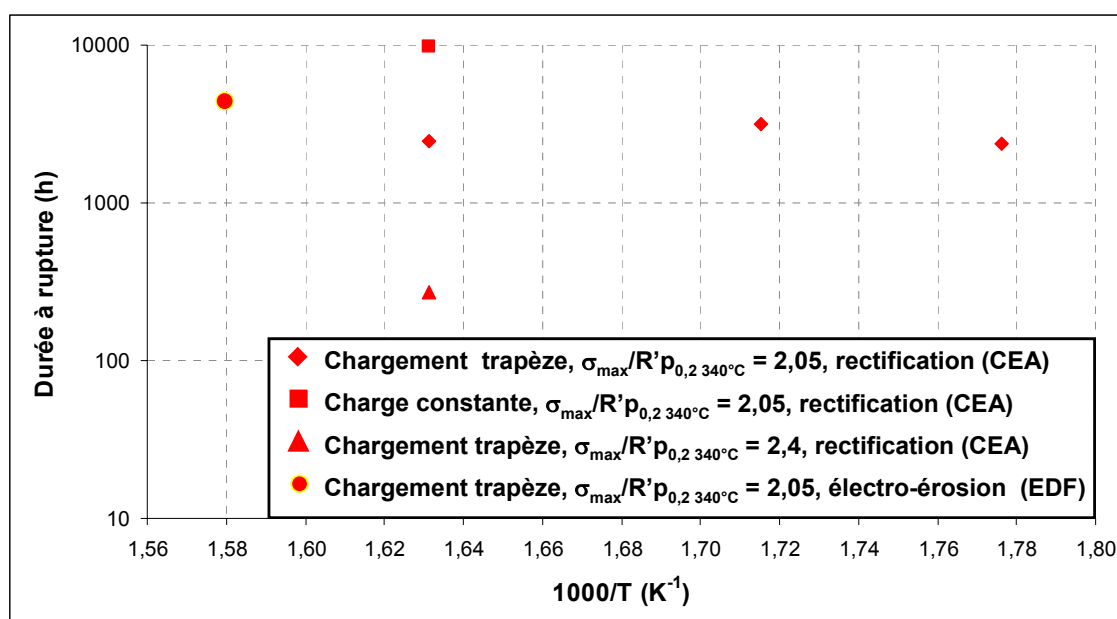
$$t_{\text{transition}} = \frac{10000}{I_m \cdot I_\theta \cdot I_\sigma} \quad 6-5$$

### 6.3.1. Indice température

La CSC est thermiquement activée. L'indice dit «de température» prend la forme d'une loi d'Arrhenius avec une valeur de l'énergie d'activation apparente  $E_a$  comprise entre 30 et 110 kJ.mol<sup>-1</sup> pour la propagation des fissures de CSC dans les aciers inoxydables (Herms 2005), (Arioka 2007), (Guerre 2007).

$$I_\theta = \exp\left(-\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{598}\right)\right) \text{ avec } T \text{ en K.} \quad 6-6$$

Dans une étude dédiée à l'amorçage des fissures de CSC de l'acier 316L B laminé L(40%), Herms n'a pas mis en évidence d'effet de la température sur le temps à rupture sous un chargement trapèze caractérisé par une contrainte maximale en fond d'entaille de 1460 MPa, du moins dans la gamme de température considérée (290-340°C). Dans notre étude, un seul essai s'est terminé par la rupture d'une éprouvette en acier 316L B L(40%) au bout 4400 h. La température de l'essai étant de 360°C, ce point complète les données du CEA, (Figure 6-23). On retiendra donc que la température affecte peu la durée à rupture dans la gamme 290°C-360°C. Ce n'est pas un paramètre du premier ordre.



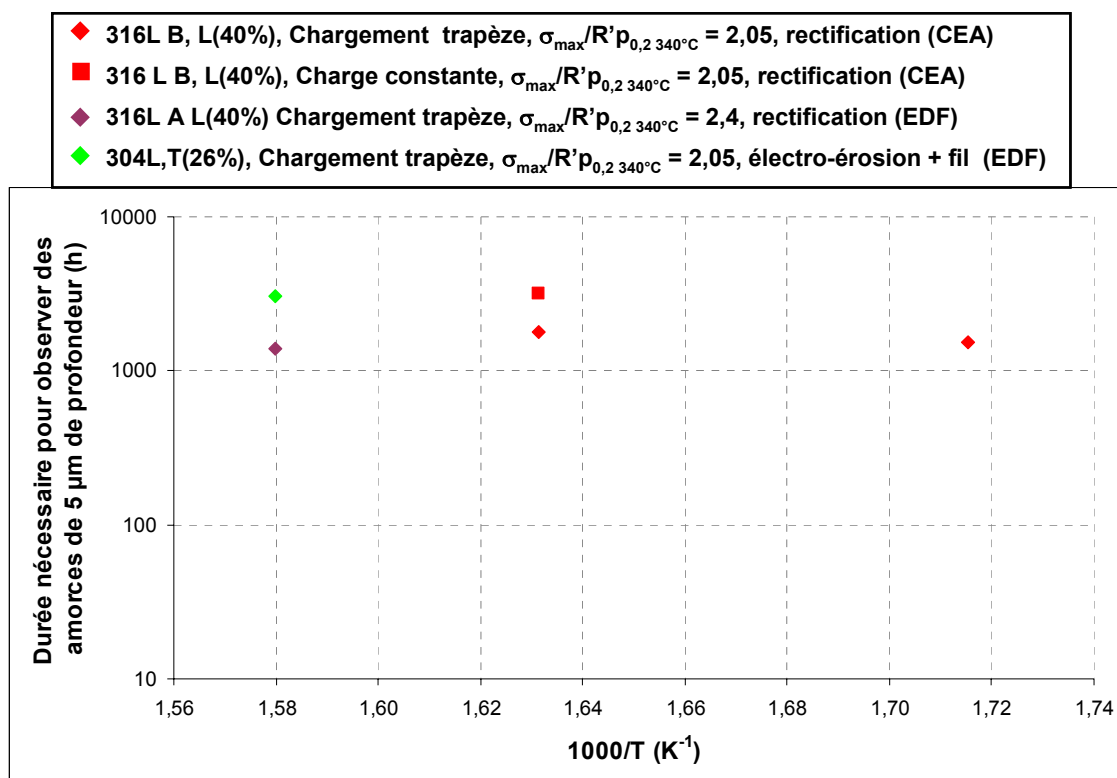
**Figure 6-23 : Influence de la température sur le temps à rupture par CSC des aciers inoxydables. Acier 316L B pré-déformé par laminage L(40%) pour différentes conditions de chargement relatif et d'état de surface. Comparaison des résultats CEA et EDF**

Le temps à rupture correspond à la somme des temps d'incubation, de propagation lente et de propagation rapide. Raisonner avec le temps à rupture donne donc une information sur l'énergie d'activation apparente de la CSC. Or, les mécanismes mis en jeu lors de l'amorçage et de la propagation pourraient être différents (voir Tableau 2.3). Il est donc vraisemblable que les énergies d'activation correspondantes soient également différentes. Par exemple, nous avons vu (Chapitre 2, Paragraphe 2.4.1 : modèle des indices) que des énergies d'activation différentes ont été proposées pour l'alliage 600 à savoir :

- 130 kJ.mol<sup>-1</sup> pour la propagation (Vaillant 2002),
- 180 kJ.mol<sup>-1</sup> pour l'amorçage.

La profondeur critique atteinte lors de la transition propagation lente / propagation rapide a été estimée entre 10 µm et 20 µm pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage. Nous avons cherché à estimer l'effet de la température sur l'amorçage vrai des fissures de CSC. Pour cela, nous

nous basons sur le temps nécessaire pour observer des fissures de 5  $\mu\text{m}$  (Figure 6-24). La température ne semble pas avoir d'effet sur la durée nécessaire pour observer les premiers stades de l'amorçage dans la gamme 320°C-360°C.



**Figure 6-24 : Influence de la température sur l'amorçage vrai de la CSC des aciers inoxydables : durée nécessaire pour observer une profondeur de 5  $\mu\text{m}$  pour les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par laminage L(40%) et pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(26%) pour différentes conditions de chargement relatif et d'état de surface. Comparaison des résultats CEA et EDF**

Pour évaluer un éventuel effet de la température sur la vitesse de propagation lente, nous considérons désormais la durée nécessaire pour observer de courtes fissures (profondeur inférieure à la profondeur critique de transition propagation lente / propagation rapide).

On vérifie Figure 6-25 que la température n'a pas d'effet significatif sur la propagation lente entre 340°C et 360°C, ce qui justifie la comparaison (Figure 6-4 et Figure 6-18), entre les résultats de cette étude et ceux du CEA (Figure 6-18).



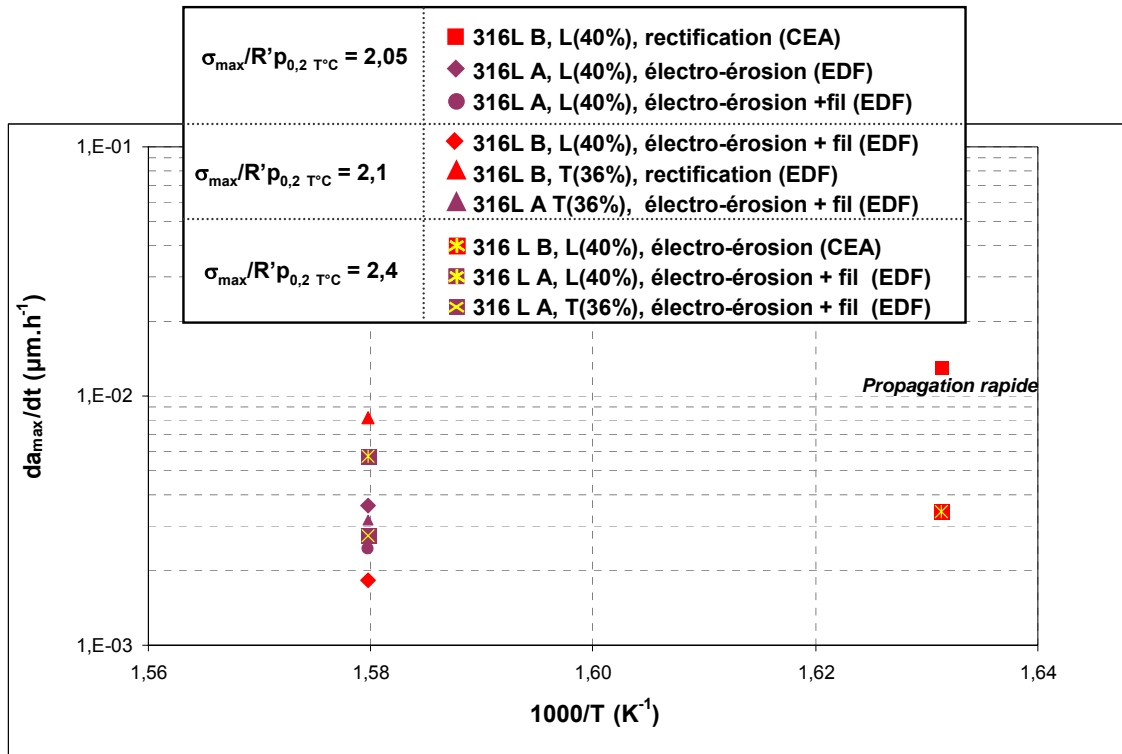


Figure 6-25 : Influence de la température sur l'amorçage expérimental (amorçage vrai + propagation lente) des fissures de CSC. Vitesse de propagation des fissures courtes sous chargement trapèze pour aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction T(36%) (10 à 50 µm) ou par laminage L(40%), (10 à 20 µm)

### 6.3.2. Effet du chargement sur la transition propagation lente / propagation rapide

#### 6.3.2.1. Valeurs de K seuil : $K_{ISCC}$

La transition entre amorçage expérimental et propagation pourrait être reliée à une profondeur de défaut critique en lien avec la microstructure ou à une valeur critique du facteur d'intensité des contraintes  $K_{ISCC}$ .

Durant la phase de propagation lente, les fissures favorablement orientées se propagent et coalescent jusqu'à atteindre la valeur de  $K_{ISCC}$ . Dès que le facteur d'intensité des contraintes d'une fissure devient supérieur à  $K_{ISCC}$ , la fissure se propage rapidement. L'existence d'un  $K_{ISCC}$  ne fait pas, actuellement, l'objet d'un consensus : Andresen défend l'absence de valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes, sur la base d'essais de propagation à K décroissant (Andresen 2005a). Il observe que la fissure continue à se propager. Toutefois, la trajectoire à K décroissant implique un rayon de zone plastique plus important que lorsque l'essai est réalisé directement sous une valeur faible du facteur d'intensité des contraintes K. La situation est donc équivalente à celui d'une propagation dans un gradient d'écoulement décroissant.

##### 6.3.2.1.1 Calibration de Bueckner

La mécanique de la rupture s'applique à des fissures macroscopiques dans le cadre de l'hypothèse du confinement de la plasticité. Le mode I de la mécanique de la rupture correspond à un mode d'ouverture de la fissure (Figure 6-26), généralement dans des conditions de déformation plane.

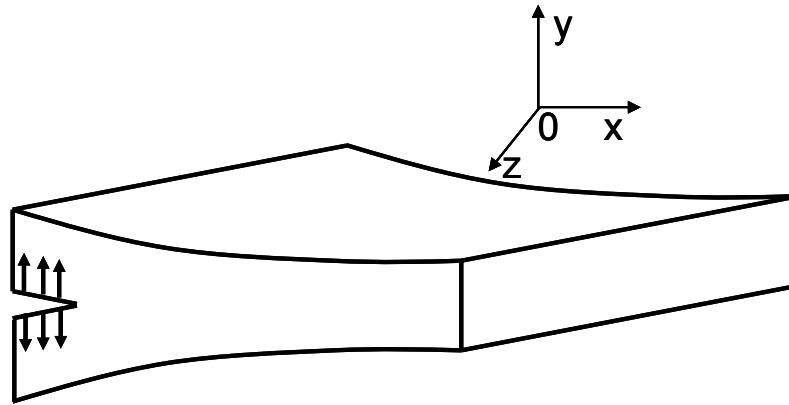


Figure 6-26 : Ouverture d'une fissure en mode I (déplacement des lèvres de la fissure uniquement suivant l'axe Y) (François 1991)

Une formule analytique (Tada 1973) permet de calculer la valeur du facteur d'intensité des contraintes pour une fissure périphérique de profondeur  $a$  sur une éprouvette axisymétrique de rayon  $r$  et soumise à une charge  $P$  (Figure 6-27, Equations 6-7 et 6-8).

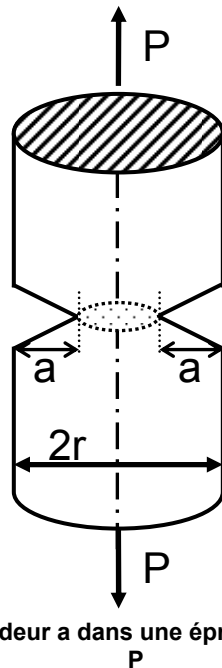


Figure 6-27 : Fissure circulaire de profondeur  $a$  dans une éprouvette axisymétrique soumise à une charge  $P$

$$K_I = \frac{P}{\pi(r-a)^2} \sqrt{\pi(r-a)} \cdot F\left(\frac{a}{r}\right) \quad 6-7$$

$$F\left(\frac{a}{r}\right) = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{a}{r}} \left\{ 1 + \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{a}{r} \right) + \frac{3}{8} \left( 1 - \frac{a}{r} \right)^2 - 0,363 \left( 1 - \frac{a}{r} \right)^3 + 0,731 \left( 1 - \frac{a}{r} \right)^4 \right\} \quad 6-8$$

Cette formule ne peut pas être utilisée en théorie pour des fissures courtes, c'est une solution asymptotique qui permet de calculer la singularité en fond d'entaille.

Nous avons vu que la transition entre la propagation lente et la propagation rapide se produit pour une profondeur critique de fissuration qui dépend de la nature de l'alliage et de l'état d'écrouissage associé. Cette profondeur critique peut être reliée à l'existence d'une valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes :  $K_{ISCC}$ . Au-delà de  $K_{ISCC}$ , la plasticité, initialement confinée en pointe de fissure, est suffisante pour auto-alimenter les mécanismes de CSC en dislocations. L'alliage est dépassivé en pointe de fissure et la fissure se propage.

Les éprouvettes CT sont des éprouvettes de la mécanique de la rupture. Elles sont utilisées pour les études de propagation de fissures. Leur utilisation est appropriée pour déterminer la valeur de  $K_{ISCC}$  car leur géométrie permet de calculer une valeur du facteur d'intensité des contraintes dans le cadre des hypothèses de la mécanique de la rupture. La vitesse de propagation peut donc être mesurée expérimentalement pour une valeur de  $K_I$  donnée. Des données de cinétiques de propagation pour différentes valeurs de  $K$  sont ainsi disponibles pour les trois matériaux de l'étude (Tribouilloy 2007a), (Vaillant 2009), (Guerre 2007).

**Tableau 6-4 : Cinétique de propagation rapide des aciers 304L et 316 L A pré-déformés T(36%) et de l'acier 316L B pré-déformé L(40%)**

Acier 304L, T(36%) (Tribouilloy 2007a)				
Chargement	T (°C)	durée (h)	K (MPa.√m)	da/dt moyen (μm/h)
R=0,7, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1513	30	0,62
R=0,7, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	2088	42	1,34
R=0,7, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1326	37	0
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	370	30	0,04
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	740	40	0,03
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	550	50	0,18
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1874	40	0,75
R=0,9, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1992	37	0
Acier 316L A, T(36%) (Tribouilloy 2007a, Vaillant 2009)				
Chargement	T (°C)	durée (h)	K (MPa.√m)	da/dt moyen (μm/h)
R=0,7, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1482	37	0,34
R=0,6 puis 0,7, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	3850	19,6	0,11
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	1824	48,7	1,15
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	2040	39	1,70
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	3065	29	0,69
R=0,8 puis statique f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	360	2810	39	0,84
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	325	3815	40	0,58
R=0,8, f=2,9.10 <sup>-4</sup> Hz	290	6960	40	0,10
Acier 316L B, L(40%) (Guerre 2007)				
Chargement	T (°C)	durée (h)	K (MPa.√m)	da/dt moyen (μm/h)
Charge constante	325	1600	57	0,47
Charge constante	325	4024	20	0,18
Charge constante	325	2256	25	0,07
Charge constante	325	1800	29	1,40
R=0,8, f= 6.10 <sup>-4</sup> Hz	325	1500	60	0,33
R=0,9, f=1,5.10 <sup>-3</sup> Hz	325	2256	30	0,72
R=0,10, f=1,5.10 <sup>-3</sup> Hz	325	2256	30	1,12

Dans notre étude, des amorces et des fissures en propagation rapide ont été observées. Pour comparer nos données aux résultats de propagation et pour vérifier la valeur de  $K_{ISCC}$ , nous avons besoin de calculer un facteur d'intensité des contraintes apparent. Pour ce faire, nous utiliserons la formule de Bueckner, en assimilant en première approximation les entailles de notre étude à des fissures. On prendra donc la valeur de la profondeur de l'entaille pour le paramètre  $a$  (Equations 6-7 et 6-8). Le calcul est réalisé en utilisant la valeur de la force maximale appliquée lors du chargement trapèze pour le paramètre  $P$  de l'équation 6-7 (valeurs de la force maximale appliquée disponibles dans l'Annexe A.3).

Pour l'alliage 600, la valeur de  $K_{ISCC}$  attendue est proche de 9 MPa.√m (Le Hong 1998). Lohro (Lohro 2012) propose une valeur de  $K_{ISCC}$  apparent proche de 5,4 MPa.√m pour l'alliage 600 écroui par traction jusqu'à 15% d'allongement. Une valeur de 19,5 MPa.√m a été proposée pour l'acier 316L A T(36%) (Vaillant 2011).

### 6.3.2.1.2 Comparaison avec les résultats de propagation

Sur les graphiques suivants (Figure 6-28, Figure 6-29, Figure 6-30 et Figure 6-31), les valeurs nulles de la vitesse de propagation ont été décalées à une valeur de  $0,0001 \mu\text{m.h}^{-1}$  de façon à pouvoir les visualiser sur une échelle logarithmique.

#### Acier 316L A

En assimilant l'entaille à une fissure, la valeur du  $K_{\text{max, apparent}}$  en fond d'entaille est calculée à partir de la force imposée et de la géométrie de l'entaille pour les essais d'amorçage de la CSC (Tableau 6-5). Les cinétiques de propagation sont ensuite comparées à celles obtenues sur éprouvettes CT pré-fissurées dédiées à la détermination des vitesses de propagation de fissures (Figure 6-28).

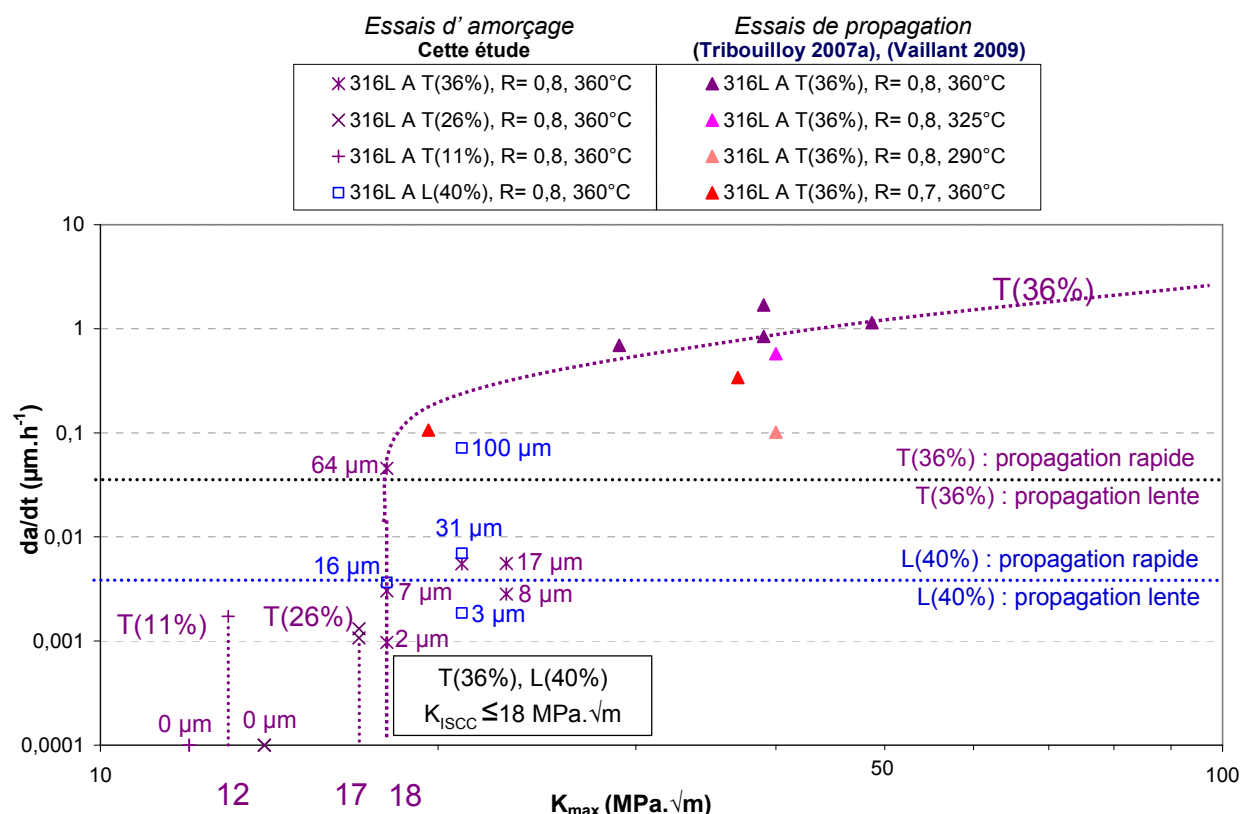
**Tableau 6-5 : Acier 316L A pré-déformé par traction ou par laminage. Valeur du facteur d'intensité des contraintes apparent initial  $K_{\text{max, apparent}}$  et de la vitesse de propagation pendant l'essai à 360°C**

Acier	Pré-déformation	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	$\sigma_{\text{max}}$ (MPa)	$\sigma_{\text{max}}/R'p_{0.2}$ (360°C)	$a_{\text{max}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$K_{\text{max apparent Bueckner}}$ (MPa. $\sqrt{\text{m}}$ )	$da_{\text{max}}/dt$ ( $\mu\text{m.h}^{-1}$ )
316L A	0,31	90°	478	1400	V	1080	2,25	8	21	0,0055
					U	1160	2,45	64	18	0,0455
	0,31	90°	478	2300	A or B	1010	2,10	7	18	0,0030
					C	1115	2,35	2	18	0,0010
	0,31	90°	478	3000	V	1100	2,30	17	23	0,0056
					U	1140	2,40	8	23	0,0028
	0,23	90°	447	3075	A or B	880	1,95	0	14	0
					C	985	2,20	0	14	0
	0,23	90°	447	5000	A or B	970	2,15	7	17	0,0013
					C	1080	2,40	5	17	0,0011
	0,10	90°	368	3000	A or B	715	1,95	0	12	0
					C	780	2,10	0	12	0
	0,10	90°	368	3300	C	820	2,25	6	13	0,0017
	0,60	90°	570	4400 avec interruption à 1400	V	1180	2,05	31	21	0,0070
					U	1160	2,05	16	18	0,0037
	0,60	90°	570	1400	V	1170	2,05	3	21	0,0019
					U	1380	2,40	100	21	0,0715

Les vitesses de propagation calculées pour l'acier 316L A sont les vitesses de propagation du front moyen pour les essais de propagation sur éprouvettes CT. Pour les essais d'amorçage, la vitesse de propagation lente est calculée à partir de la profondeur maximale de fissure observée. Une valeur de  $K_{\text{ISCC}}$  de 19,5 MPa. $\sqrt{\text{m}}$  a été proposée (Vaillant 2011) pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%) tel que  $\alpha = 90^\circ$ . Pour une valeur de  $K_{\text{max apparent}}$  égale à 18 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ , la transition propagation lente / propagation rapide est obtenue pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%). Pour une pré-déformation plus sévère, la transition propagation lente / propagation rapide est également observée pour une valeur de  $K_{\text{max apparent}}$  de 18 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ . Aucun niveau inférieur n'a été testé, nous retiendrons donc, à titre provisoire, la valeur de 18 MPa. $\sqrt{\text{m}}$  pour une pré-déformation par laminage L(40%). Des essais supplémentaires sont nécessaires pour vérifier si une valeur-seuil inférieure à 18 MPa. $\sqrt{\text{m}}$  est envisageable.

La cinétique de propagation calculée pour l'essai d'amorçage comprend les étapes d'incubation, de propagation lente et de propagation rapide. La valeur obtenue est donc légèrement inférieure à celle sous chargement comparable mesurée sur éprouvette CT pré-fissurée qui intègre uniquement un temps d'incubation et de propagation rapide.

Pour les niveaux de pré-déformation plus faibles (T(11%) et T(26%)), des amorces ont été obtenues sous des valeurs du facteur d'intensité des contraintes  $K_{\text{max, apparent}}$  respectives de 12 et 17 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ , mais la transition propagation lente / propagation rapide n'a pas été réalisée.



### Acier 316L B

Dans le cas de l'acier 316L B, la valeur du  $K_{max}$ , apparent en fond d'entaille est calculée pour les essais d'amorçage de la CSC (cette étude et celle du CEA), en assimilant l'entaille à une fissure (Tableau 6-6 et Tableau 6-7).

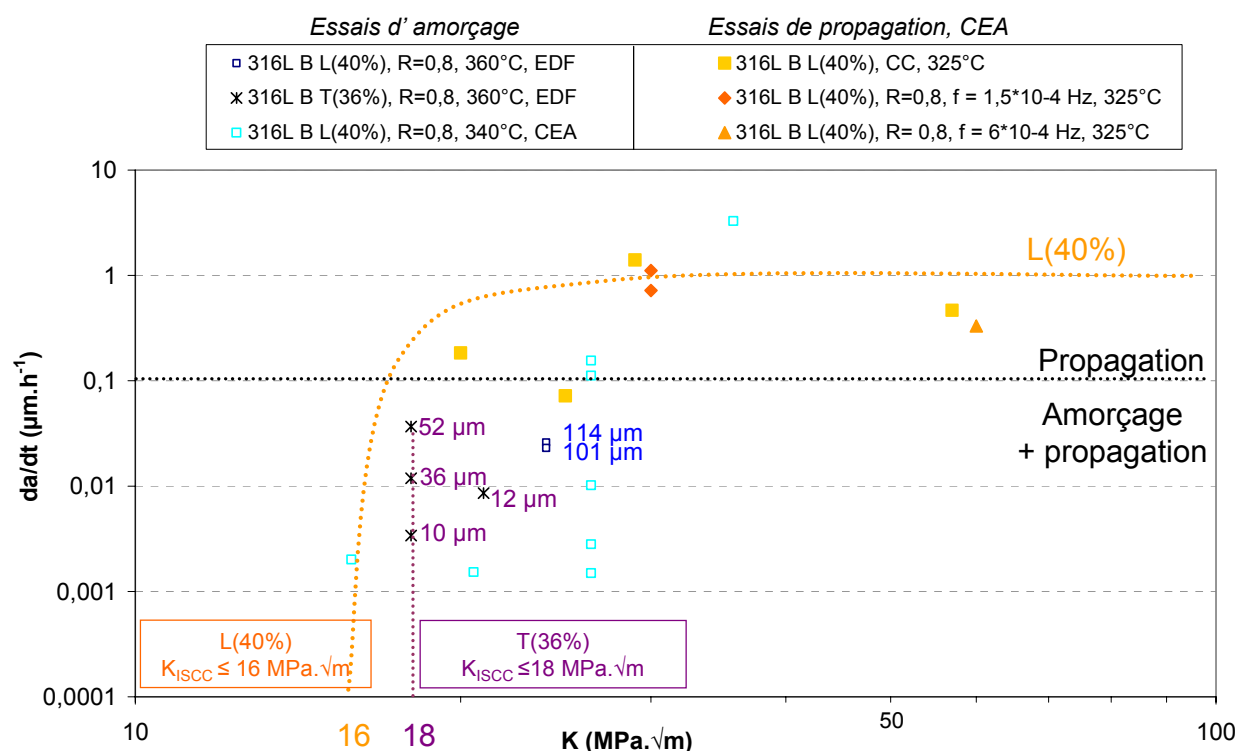
**Tableau 6-6 : Acier 316L B pré-déformé par traction T(36%) ou par laminage L(40%) sous chargement trapèze (R = 0,8). Valeur du facteur d'intensité des contraintes apparent initial  $K_{max}$ , apparent et de la vitesse de propagation pendant l'essai (cette étude)**

acier	Pré-déformation	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	$a_{max}$ (µm)	$K_{max}$ apparent Bueckner (MPa.√m)	$da_{max}/dt$ (µm.h <sup>-1</sup> )
316L B	0,60	90°	709 à 340°C	4400	V	1420	2,00	114	24	0,0260
					U	1500	2,10	101	24	0,0231
	0,31	90°	498	3000	V	1040	2,10	36	18	0,0118
					U	1100	2,20	10	18	0,0034
	0,31	90°	498	1400	V	1120	2,25	12	21	0,0086
					U	1220	2,45	52	18	0,0368

**Tableau 6-7 : Acier 316L B pré-déformé par laminage L(40%) sous charge constante ou sous chargement trapèze (R = 0,85) à 340°C. Valeur du facteur d'intensité des contraintes apparent initial  $K_{max, \text{apparent}}$  et de la vitesse de propagation pendant l'essai (CEA)**

Acier	Chargement	F (N)	Durée d'essai (h)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (340°C)	$a_{max}$ (μm)	$K_{max \text{ apparent Bueckner}}$ (MPa.√m)	$da_{max}/dt$ (μm.h <sup>-1</sup> )
316L B L(40%) 90°	Trapèze	5650	1780	2,05	5	26	0,0028
	Trapèze	4400	6550	1,80	10	21	0,0015
	Trapèze	5650	2450	2,05	25	26	0,0102
	Charge constante	5650	6695	2,05	10	26	0,0015
	Charge constante	5650	9840	2,05	1100	26	0,1118
	Trapèze	5650	2310	2,05	360	26	0,1558
	Trapèze	7650	250	2,40	820	36	3,2800
	Trapèze	3390	4970	1,60	10	16	0,0020

L'ensemble des vitesses de propagation lente et rapide est ensuite reporté sur la Figure 6-29. On cherche à identifier la valeur du facteur d'intensité des contraintes apparent lors de la transition propagation lente / propagation rapide.



**Figure 6-29 : Acier 316L B. Evolution de la vitesse de propagation (lente, rapide) en fonction du facteur d'intensité des contraintes initial  $K_{max}$  ou  $K_{max \text{ apparent}}$  respectivement pour des essais sur éprouvettes CT pré-fissurées et sur des éprouvettes axisymétriques entaillées. Chargement constant, trapèze ou triangle**

Pour l'acier 316L B écroui par laminage la valeur de  $K_{ISCC}$ , déterminée à l'aide des essais d'amorçage et des essais de propagation sur éprouvettes CT, est au maximum de 16 MPa.√m. Aucun chargement inférieur n'a été testé dans cette étude. Guerre a montré qu'elle était également supérieure à 10 MPa.√m (Guerre 2007). Pour l'acier 316L B L(40%), la valeur de  $K_{ISCC}$  pour laquelle intervient la transition propagation lente / propagation rapide est donc comprise entre 10 et 16 MPa.√m.

Les données disponibles pour une pré-déformation par traction T(36%) indique que  $K_{ISCC}$  est inférieur ou égal à 18 MPa.√m, valeur au-delà de laquelle la transition propagation lente / propagation rapide est avérée.

Acier 304L

Couvant a déterminé une profondeur critique pour la transition propagation lente / propagation rapide de l'acier 304L sollicité en traction lente. Pour cette série d'essais, la profondeur maximale de fissure et la contrainte atteinte en fin d'essai sont disponibles. En assimilant l'éprouvette plate utilisée lors des essais de traction lente à une plaque semi-infinie soumise à une contrainte homogène  $\sigma$ , on peut estimer un facteur d'intensité des contraintes apparent (Tableau 6-8) avec la relation suivante (François 1991) :

$$K_I = 1,122\sigma\sqrt{\pi a} \quad 6-9$$

Les valeurs du facteur d'intensité des contraintes apparent testées pour l'acier 304L dans cette étude sont synthétisées Tableau 6-9.

Dans notre étude, la déformation plastique est localisée en fond d'entaille qui est assimilée à une fissure pour calculer un facteur d'intensité des contraintes apparent. Pour les éprouvettes de traction lente, il se pose un problème différent. On cherche à calculer un facteur d'intensité des contraintes associé à un couple (profondeur de fissure, contrainte homogène). Toutefois, lors de l'essai, l'éprouvette est plastifiée à cœur. La condition de plasticité confinée n'est donc pas respectée.

**Tableau 6-8 : Acier 304L, essais à vitesse de déformation imposée sur éprouvette plate non pré-écrouie ( $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-8} \text{s}^{-1}$ ), (Couvant 2004b)**

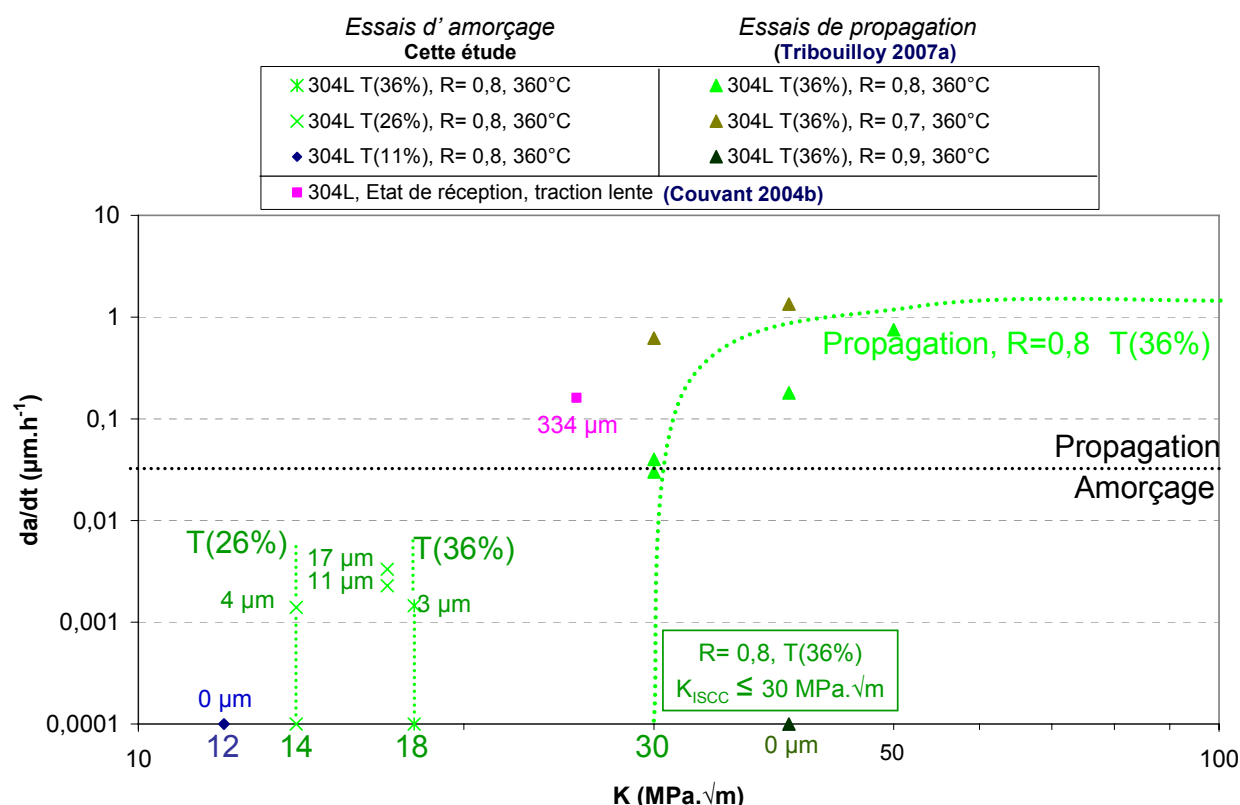
Eprouvette	Durée (h)	$\sigma$ fin essai (MPa)	$\varepsilon$ macroscopique	$a_{\max}$ ( $\mu\text{m}$ ) intragranulaire	$K_{\text{apparent}}$ (MPa. $\sqrt{\text{m}}$ )	$da_{\max}/dt$ ( $\mu\text{m.h}^{-1}$ )
T112-8	593	579	0,104	2	2	0,0034
T112-6	887	434	0,153	10	3	0,0113
1171-20	1178	515	0,196	30	6	0,0255
1171-6	1617	624	0,265	50	9	0,0309
1171-19	2075	700	0,341	334	25	0,1610

**Tableau 6-9 : Acier 304L pré-déformé par traction. Valeur du facteur d'intensité des contraintes apparent initial  $K_{\max, \text{apparent}}$  et de la vitesse de propagation pendant l'essai (notre étude)**

acier	Pré-déformation	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	$\sigma_{\max}$ (MPa)	$\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	$a_{\max}$ ( $\mu\text{m}$ )	$K_{\max \text{ apparent Bueckner}}$ (MPa. $\sqrt{\text{m}}$ )	$da_{\max}/dt$ ( $\mu\text{m.h}^{-1}$ )
304L	0,31	90°	496	2300	A or B	1060	2,15	0	18	0
					C	1180	2,40	3	18	0,0015
	0,23	90°	459	3075	A or B	930	2,05	4	14	0,0014
					C	1060	2,30	0	14	0
	0,23	90°	459	5000	A or B	1030	2,25	17	17	0,0033
					C	1140	2,50	11	17	0,0023
	0,11	90°	391	3000	A or B	750	1,90	0	12	0
					C	835	2,15	0	12	0

Pour l'acier 304L T(36%), Tribouilloy montre que la valeur de  $K_{\text{ISCC}}$  augmente avec la valeur de l'amplitude de déchargement R du cycle trapèze.  $K_{\text{ISCC}}$  est estimé à 30 MPa. $\sqrt{\text{m}}$  pour R = 0,8 (Figure 6-30). Des amorces de faibles profondeurs (6  $\mu\text{m}$  maximum) ont été observées sous un  $K_{\max}$  apparent de 18 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ . La transition propagation lente / propagation rapide n'étant pas réalisée, il n'a pas été possible de proposer une valeur de  $K_{\text{ISCC}}$  pour l'acier 304L avec les données de l'étude. Nous retiendrons donc la valeur de 30 MPa. $\sqrt{\text{m}}$ .





**Figure 6-30 : Acier 304L. Evolution de la vitesse de propagation (lente, rapide) en fonction du facteur d'intensité des contraintes initial  $K_{\max}$  ou  $K_{\max}$  apparent respectivement pour des essais sur éprouvettes CT pré-fissurées et sur des éprouvettes axisymétriques entaillées. Chargement constant ou trapèze**

L'échelle de la Figure 6-30 ne permet pas d'évaluer l'effet d'une vitesse de déplacement imposée sur la cinétique de propagation. Après changement d'échelle (Figure 6-31), on vérifie qu'il n'existe pas de valeur seuil du facteur d'intensité des contraintes pour la propagation lente des amorces de CSC : en effet la propagation lente est observée dès une valeur de 2 MPa.√m (Tableau 6-7). La transition propagation lente / propagation rapide est observée pour une valeur apparente du facteur d'intensité des contraintes de 10 MPa.√m. Cette valeur est trois fois inférieure au seuil déterminé pour le même acier sous un chargement trapèze avec  $R = 0,8$ . Elle est égale à la moitié du seuil estimé pour l'acier 304L T(36%) sous un chargement trapèze avec  $R = 0,7$ . On met ainsi en exergue l'effet d'une sollicitation dynamique sur la valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes permettant la transition vers la propagation rapide.

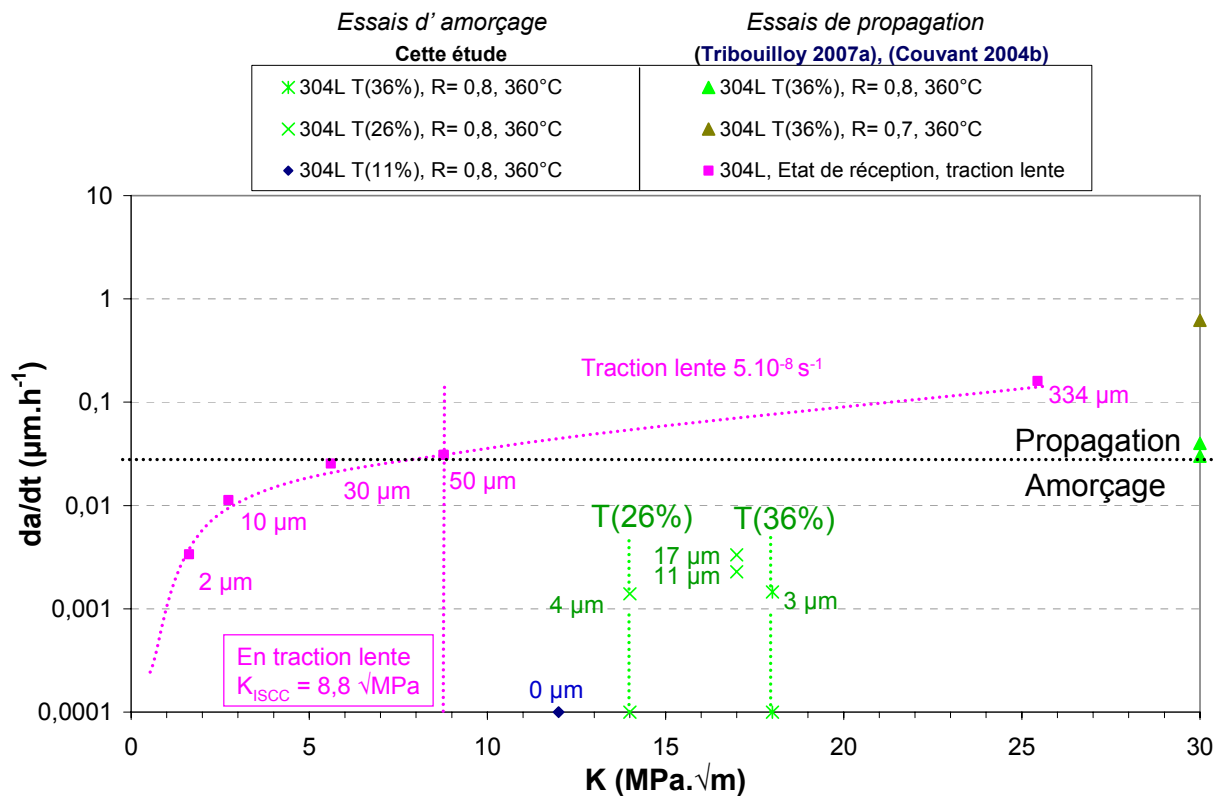


Figure 6-31 : Facteur d'intensité des contraintes apparent  $K_{ISCC}$  pour l'acier 304L à l'état de réception sollicité en traction lente. Comparaison avec un chargement trapèze

### 6.3.2.2. Indice contrainte

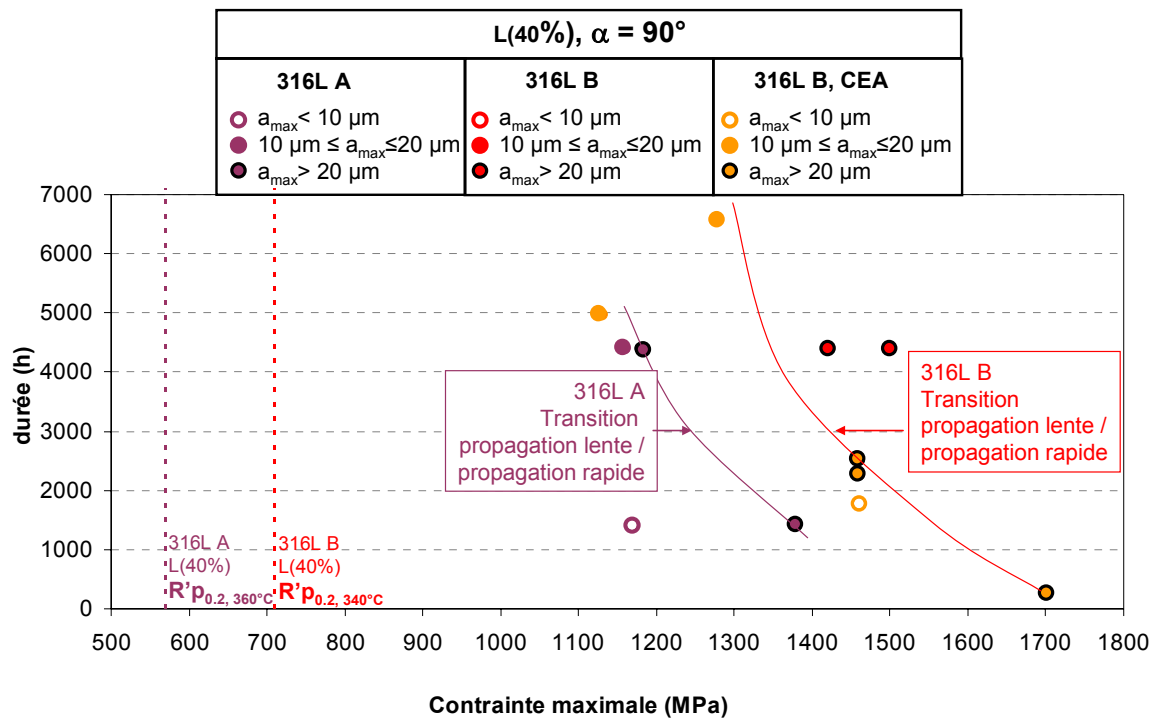
#### 6.3.2.2.1 Effet de la contrainte maximale en fond d'entaille sur la transition propagation lente / propagation rapide

Le temps nécessaire pour qu'une fissure franchisse la transition propagation lente / propagation rapide dépend de la contrainte appliquée. On rappelle que l'indice contrainte du modèle des indices appliqué à l'alliage 600 prend la forme suivante (Chapitre 2, Paragraphe 2.4.1) :

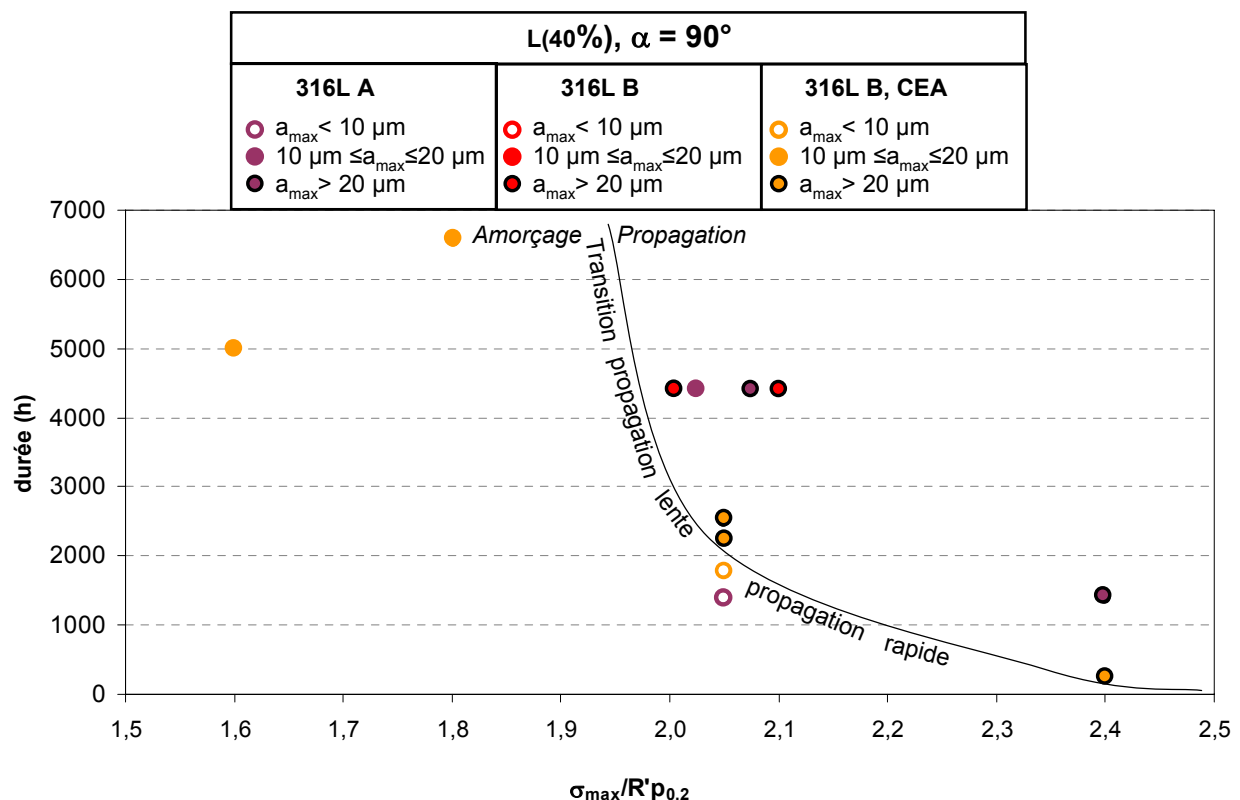
$$I_{\sigma} = \left( \frac{\sigma}{450} \right)^4 \text{ et } I_{\sigma} = 0 \text{ si } \sigma < 250 \text{ MPa} \quad \text{6-10}$$

#### Pré-déformation par laminage L(40%)

Pour un même niveau de pré-déformation, l'indice «contrainte» exprimé pour l'alliage 600 dépend donc uniquement du niveau de contrainte. Dans un premier temps, nous allons déterminer la forme de la dépendance à la contrainte maximale du temps à la transition propagation lente / propagation rapide. En compilant les résultats de cette étude et ceux obtenus au CEA (Annexe A.1), il est possible de tracer la courbe de transition propagation lente / propagation rapide pour l'acier 316L B L(40%) dans l'espace temps / contrainte maximale. Cette même transition a pu être positionnée pour l'acier 316L A L(40%). Elle est décalée vers les contraintes plus faibles, probablement en lien avec la différence de limite d'écoulement des deux matériaux laminés ( $R'_{p0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 570 \text{ MPa}$  pour l'acier 316L A,  $R'_{p0.2, 340^{\circ}\text{C}} = 709 \text{ MPa}$  pour l'acier 316L B). Dans l'espace (durée / chargement relatif), les courbes de transition propagation lente / propagation rapide des deux matériaux laminés se confondent.



**Figure 6-32 : Durée nécessaire pour franchir la transition propagation lente / propagation rapide en fonction de la contrainte maximale en fond d'entaille. Aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%)**



**Figure 6-33 : Durée nécessaire pour franchir la transition propagation lente / propagation rapide en fonction du chargement relatif ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$ ). Aciers 316L A et B pré-déformés par laminage L(40%)**

L'allure de la courbe de transition propagation lente / propagation rapide peut être décrite avec une loi puissance. Pour déterminer l'exposant adapté, plusieurs valeurs ont été testées avant optimisation avec la méthode des moindres carrés. En particulier, on vérifie qu'un exposant 4 ne peut pas rendre

compte des données expérimentales pour les aciers inoxydables laminés (Figure 6-34). Un exposant 11,5 semble être le plus adapté pour décrire les données d'amorçage. De façon à valider cette valeur, les données obtenues pour les aciers 316L A et 316L B ont été simulées indépendamment. Au vu des données disponibles nous considérerons une loi puissance avec un exposant de 11,5 acceptable. Toutefois, compte-tenu de la sensibilité des lois «puissance», il conviendra d'ajuster cette valeur, si de nouvelles données sont produites.

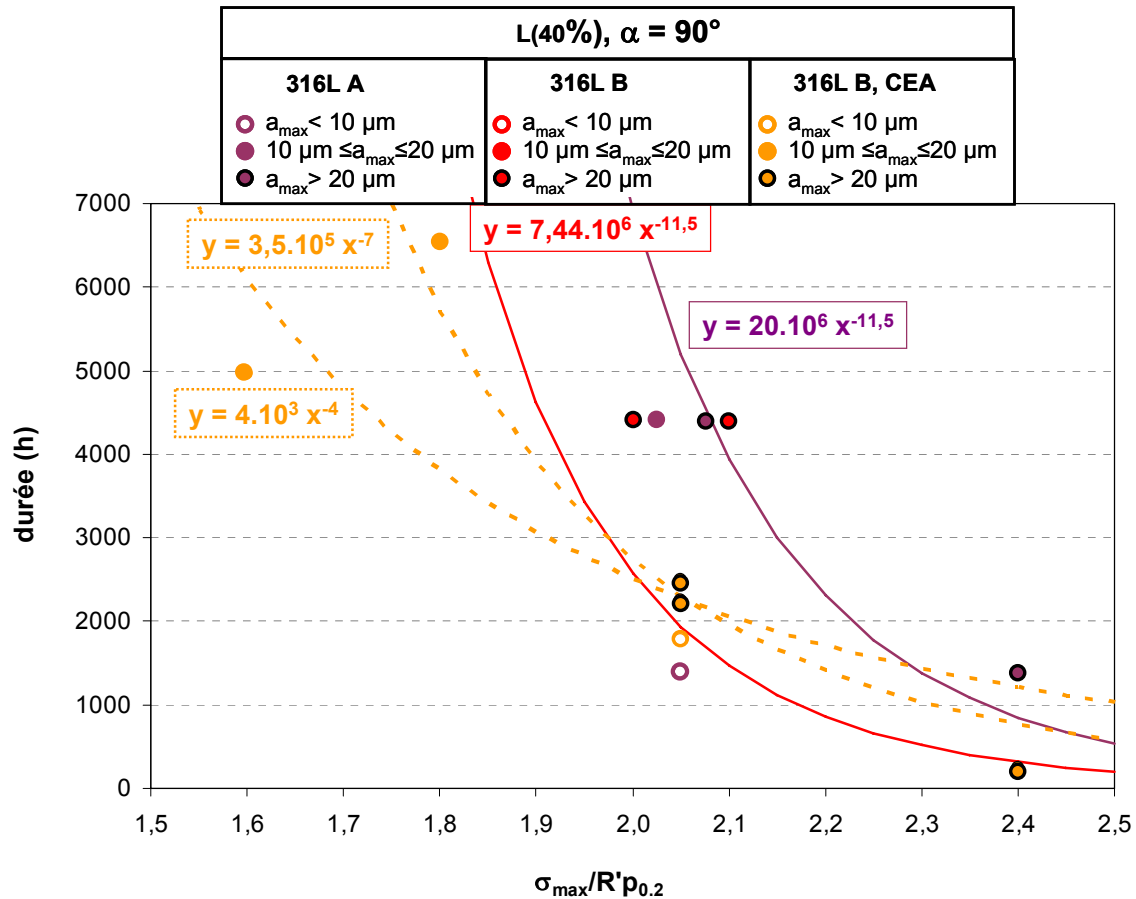


Figure 6-34 : Evaluation de la forme de la loi de dépendance de la durée d'essai au chargement relatif. Aciers 316L A et B laminés L(40%)

L'indice de contrainte prend donc la forme suivante :

$$I_{\sigma} = A \left( \frac{\sigma_{max}}{R' p_{0.2}} \right)^{11,5} \quad 6-11$$

où A est une variable d'ajustement, qui dépend du matériau, éventuellement en lien avec son comportement plastique.

#### Pré-déformation par traction

L'ensemble des résultats obtenus sur les aciers 304L, 316L A et B pré-déformés par traction est représenté dans l'espace (durée-contrainte maximale). La courbe de transition pour l'acier 316L A T(36%) a pu être positionnée, mais sa forme est difficile à évaluer, du fait du manque de données ayant dépassé cette transition (Figure 6-36). La loi puissance précédemment déterminée semble acceptable pour les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%), compte tenu des données disponibles.

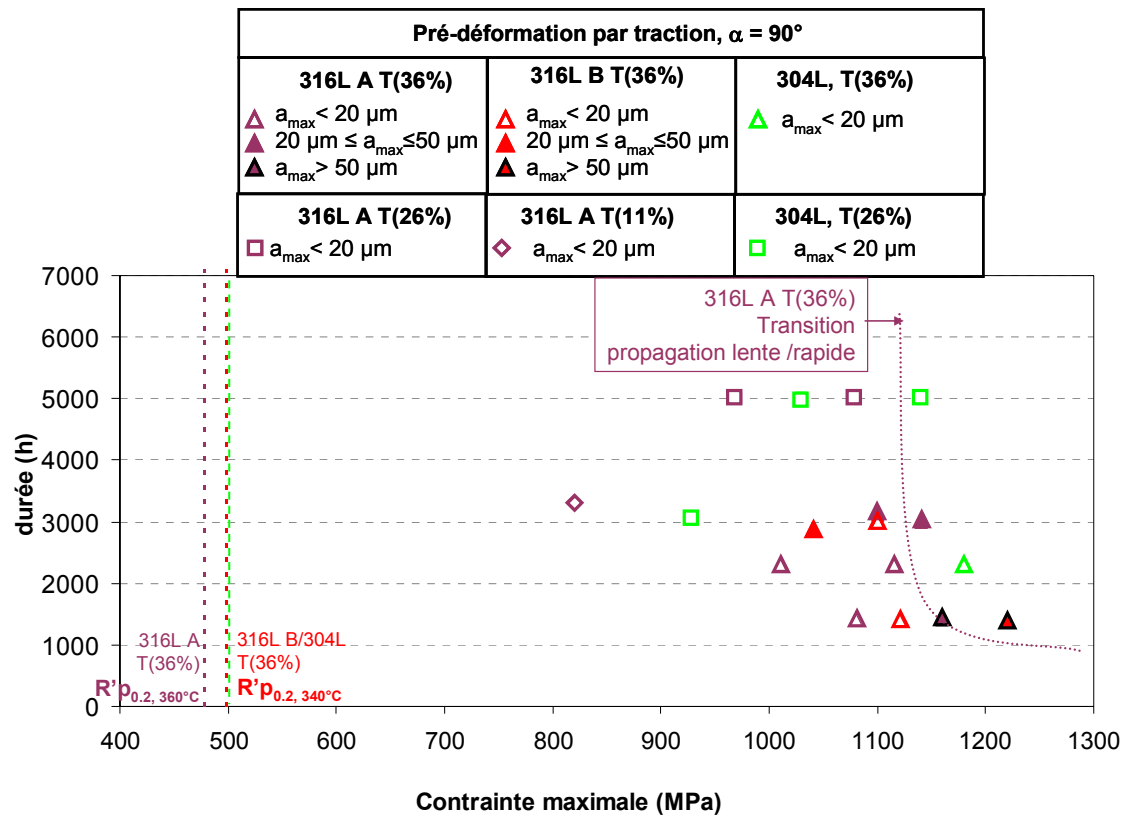


Figure 6-35 : Durée nécessaire pour franchir la transition propagation lente / propagation rapide en fonction de la contrainte maximale en fond d'entaille. Aciers 304L, 316L A et B pré-déformés par traction

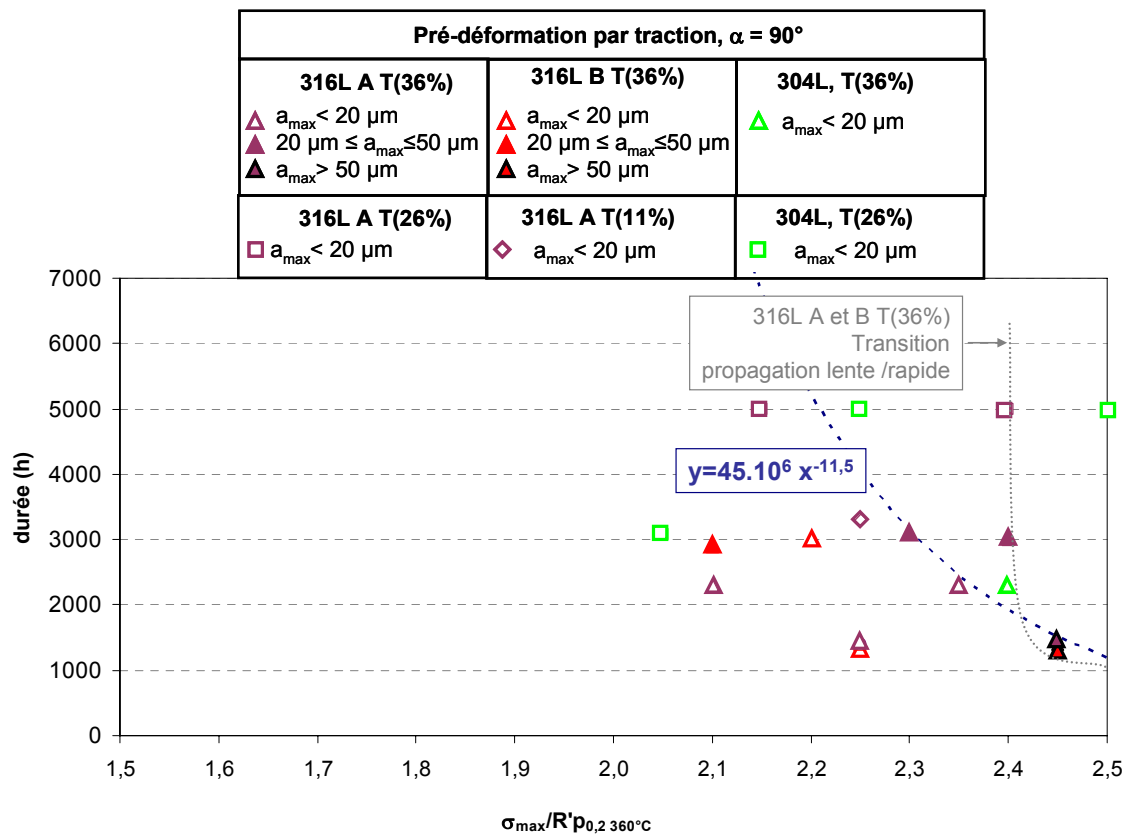


Figure 6-36 : Validation de la loi retenue pour décrire la dépendance de la durée d'essai au chargement relatif pour les aciers 304L, 316L A et B pré-déformés par traction T(36%)

### 6.3.2.2 Comparaison avec les résultats de propagation

L'utilisation de la formule de Bueckner pour évaluer le  $K_{\max}$  apparent en fond d'entaille n'est pas complètement satisfaisante. En effet, seule la profondeur de l'entaille est prise en compte. Or, les calculs par éléments finis (Annexe A.3) vérifient que la contrainte maximale atteinte en avant du fond de l'entaille est plus élevée, à profondeur d'entaille égale, quand le rayon en fond d'entaille diminue. Pour comparer les résultats obtenus lors des essais d'amorçage sur éprouvette axisymétrique entaillée et lors des essais de propagation sur éprouvette CT, il est donc nécessaire de relier la valeur du facteur d'intensité des contraintes à une contrainte maximale en fond d'entaille.

Les profils des contraintes en fond d'entaille en élasticité conduisent à une divergence en fond de fissure (Figure 6-37). On suppose que le chargement des éprouvettes CT pré-fissurées utilisées pour l'étude de la propagation conduit un état de déformation plane (Figure 6-38).

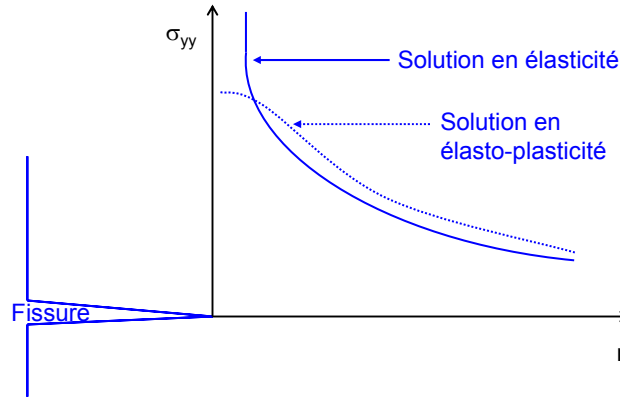


Figure 6-37 : Profil des contraintes en fond d'entaille. Profil des solutions élastiques et élasto-plastiques (François 1991)

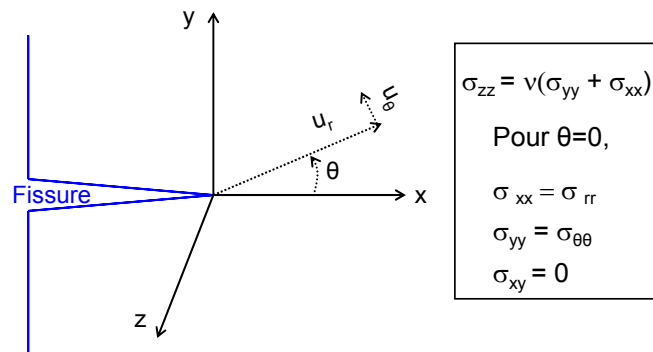


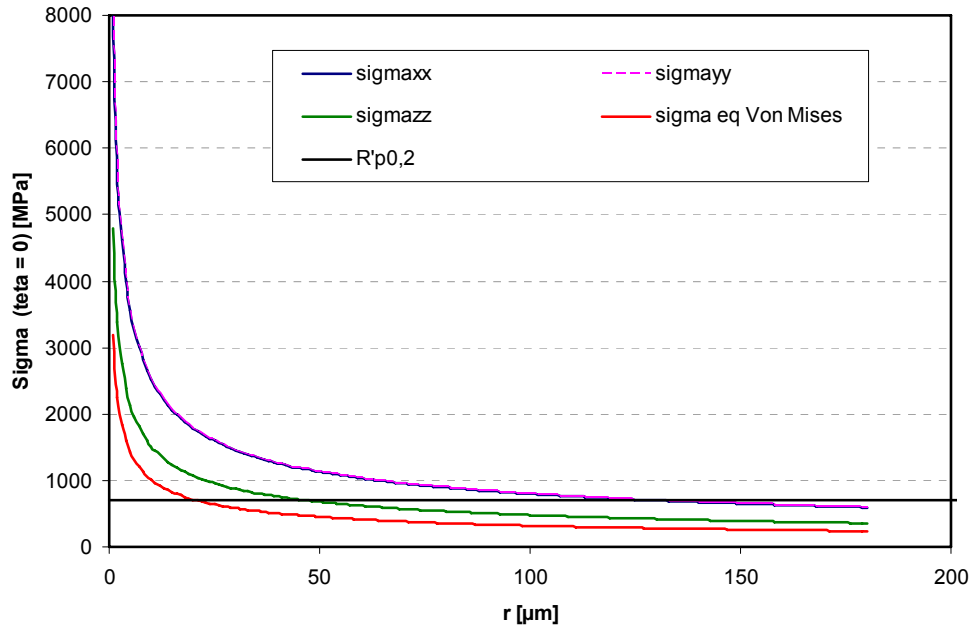
Figure 6-38 : Etat de déformation plane (François 1991)

$$\sigma_{XX} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left(1 - \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad 6-12$$

$$\sigma_{YY} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left(1 + \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right) \quad 6-13$$

$$\sigma_{ZZ} = \nu(\sigma_{XX} + \sigma_{YY}) \text{ en déformation plane} \quad 6-14$$

Le profil des contraintes en fond de fissure pour une éprouvette CT en acier 316L B soumise à un chargement  $K = 20 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  a été calculé en élasticité (Figure 6-39). Les niveaux de contrainte obtenus sont extrêmement élevés en fond de fissures (valeur de  $r$  faibles). Comme attendu, il est nécessaire de travailler en élasto-plasticité.



**Figure 6-39 : Profils des contraintes en fond d'entaille. Solution élastique. Acier 316L B L(40%) sous un chargement  $K_{\max} = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$**

Le profil des contraintes en fond de fissure pour les essais de propagation sur éprouvette CT est calculé en utilisant un champ HRR (François 1991) et en faisant l'hypothèse d'un mode de déformation plane. Cette solution permet de représenter les champs des contraintes et des déformations semi-lointains.

En adoptant une solution élasto-plastique, une valeur maximale est atteinte en avant du fond de fissure. Cette solution est valable uniquement à une certaine distance du fond de la fissure. L'utilisation de modèles adaptés permet de reproduire l'émoussement en pointe de fissure. Dans notre analyse, nous nous limiterons à la contrainte maximale en avant du front de fissure. Nous simplifierons la démarche en faisant abstraction de l'émoussement en fond de fissure.

La solution obtenue avec le champ HRR est une solution asymptotique qui fournit une description du champ des contraintes et des déformations dépendant de la loi de comportement du matériau :

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^N \quad 6-15$$

avec  $\varepsilon_0$ ,  $\sigma_0$  et  $N$  des constantes du matériau.

A une certaine distance de la pointe de fissure, le champ des contraintes et celui des déformations dépendent d'un unique paramètre : c'est l'intégrale de contour  $J$  (François 1991).

$$\sigma_{ij} = \sigma_0 \left( \frac{J}{\sigma_0 \varepsilon_0 I N r} \right)^{\frac{1}{N+1}} \tilde{\sigma}_{ij}(\theta, N) \quad 6-16$$

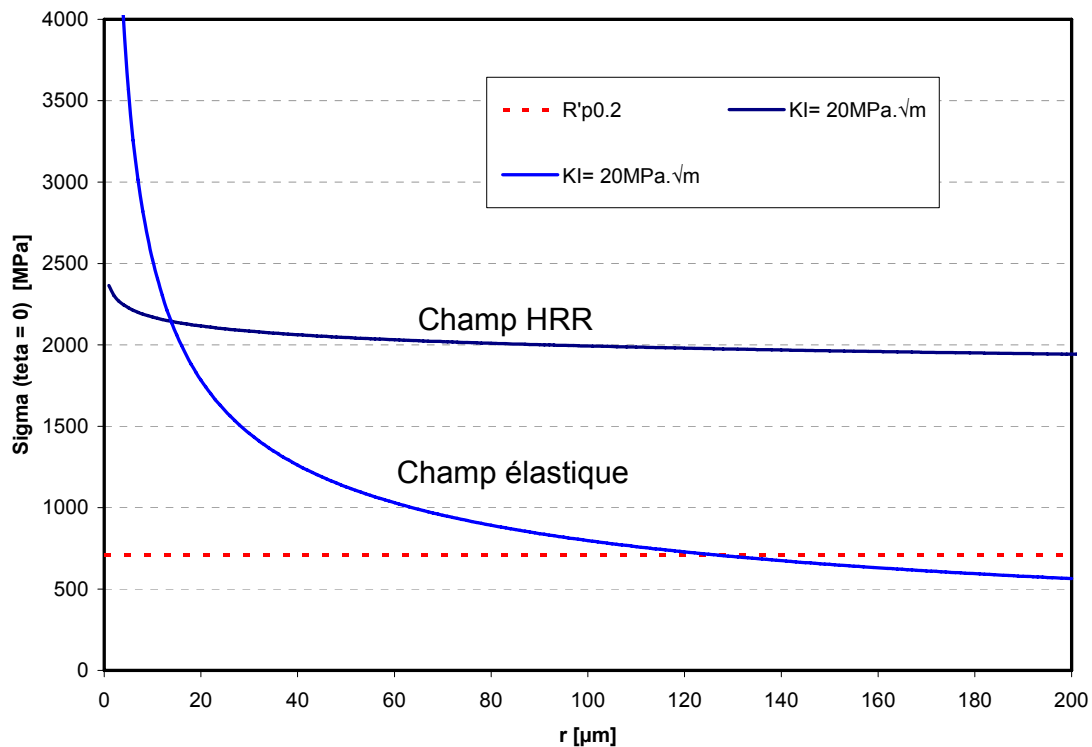
$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_0 \left( \frac{J}{\sigma_0 \varepsilon_0 I N r} \right)^{\frac{N}{N+1}} \tilde{\varepsilon}_{ij}(\theta, N) \quad 6-17$$

$$\left( \frac{IN}{\pi} \right)^{\frac{1}{N+1}} \approx 1 \quad 6-18$$

Les valeurs des fonctions  $\tilde{\sigma}_{ij}(\theta, N)$  et  $\tilde{\varepsilon}_{ij}(\theta, N)$  sont tabulées (Shih 1983).

La comparaison des profils de contrainte  $\sigma_{yy}$  en élasticité et élasto-plasticité est présentée Figure 6-40 pour l'acier 316L B L(40%) soumis à un chargement  $K_{\max} = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ .





**Figure 6-40 : Profil des contraintes en fond d'entaille. Champ HRR et champ élastique. Acier 316L B L(40%), 90° soumis à un chargement  $K_{\max} = 20\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$**

La solution obtenue en élasto-plasticité est, comme prévu, plus satisfaisante. Ce calcul a donc été réalisé pour les essais de propagation sur éprouvettes CT pré-fissurées. On suppose que la valeur maximale de la contrainte suivant l'axe YY est atteinte à une distance de 1  $\mu\text{m}$  du fond de la fissure. En effet, le champ HRR est utilisable uniquement à une certaine distance du fond d'entaille. Les valeurs des contraintes maximales en début d'essais de propagation sont alors comparées aux valeurs de contrainte maximale (obtenues par calculs par éléments finis) en début d'essai d'amorçage, Figure 6-41 pour l'acier 316L A, Figure 6-42 pour l'acier 316L B et Figure 6-43 pour l'acier 304L.

Une dépendance de la vitesse de propagation des fissures de CSC en  $(\sigma_{\max}/R'P_{0.2})^{11,5}$  semble être confirmée pour les trois aciers de l'étude par la compilation des données disponibles d'amorçage et des données de propagation en utilisant l'approximation des champs HRR pour calculer la contrainte maximale en fond de fissures. La valeur 11,5 de l'exposant semble pertinente pour décrire le comportement de l'acier 316L A. La dispersion des résultats est plus importante pour l'acier 316L B, en particulier en ce qui concerne les essais d'amorçage. L'exposant de la loi puissance est compris entre 9 et 13. On se rappellera que les essais d'amorçage ont été réalisés dans deux laboratoires, sous des cycles de chargement légèrement différents et surtout sur des matériaux pré-déformés par laminage suivant des trajets de déformation différents (nombre de passes). Pour l'acier 304L, peu de données d'amorçage sont disponibles et la transition propagation lente / propagation rapide n'a pas été franchie. Un exposant 11,5 décrit correctement l'ensemble des données ainsi que l'enveloppe supérieure des résultats. Toutefois, un exposant de 7,5 seulement permet de tracer l'enveloppe inférieure des résultats expérimentaux. L'approximation des cinétiques de propagation sous forme d'une puissance du chargement relatif pourrait être valable dans un domaine défini de chargement. La valeur élevée de l'exposant traduit une très forte sensibilité à la contrainte et l'effet de la pré-déformation est intégré par l'intermédiaire de  $R'p_{0.2}$ . Toutefois, une détermination fine de ce coefficient nécessite de travailler avec une base de données conséquente. Il faudrait de plus travailler avec une meilleure estimation des contraintes en fond de fissures, l'approximation des champs HRR n'étant pas optimale. On rappelle également que cette approche intègre la pré-déformation uniquement par l'intermédiaire de la limite d'écoulement.

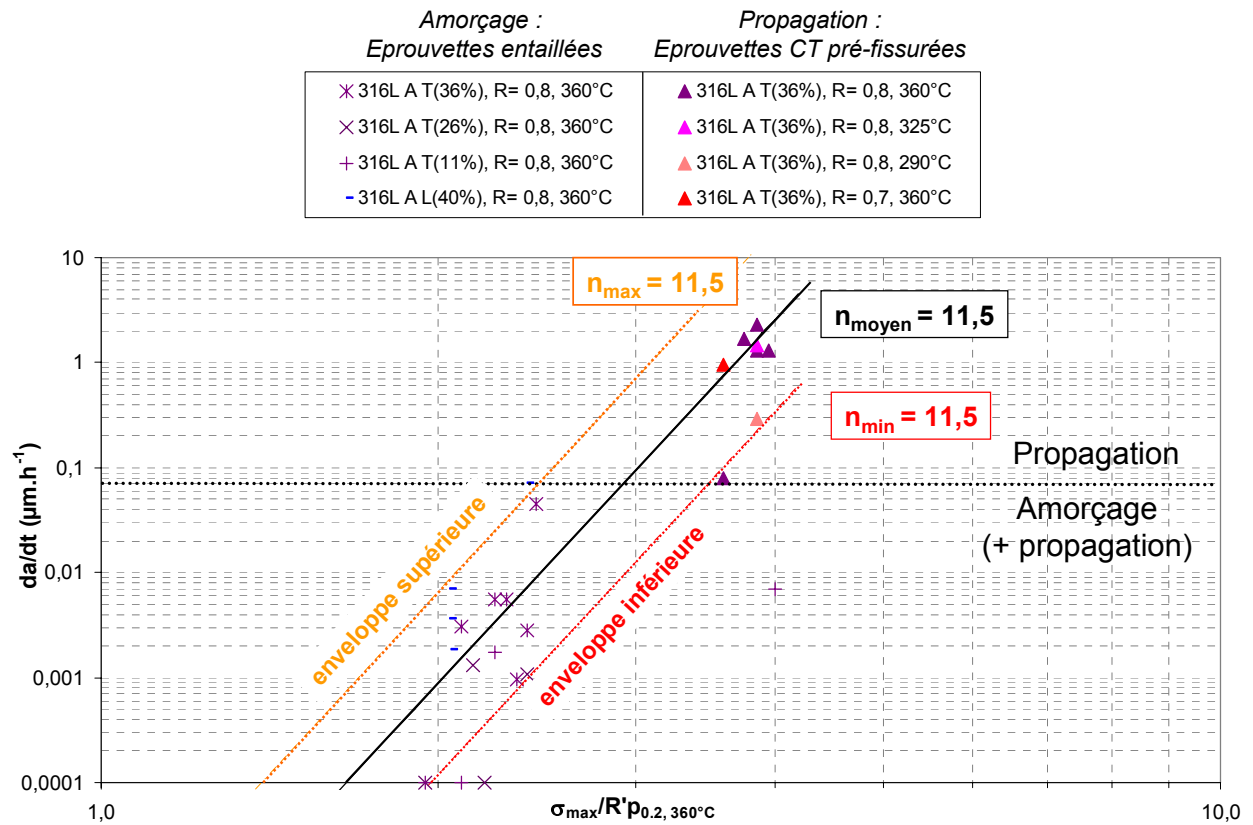


Figure 6-41 : Effet du chargement sur les cinétiques de propagation lente et de propagation rapide. Acier 316 L A pré-déformé par traction ou par laminage. Les vitesses de propagation nulles ont été décalées à  $0,0001 \mu\text{m.h}^{-1}$

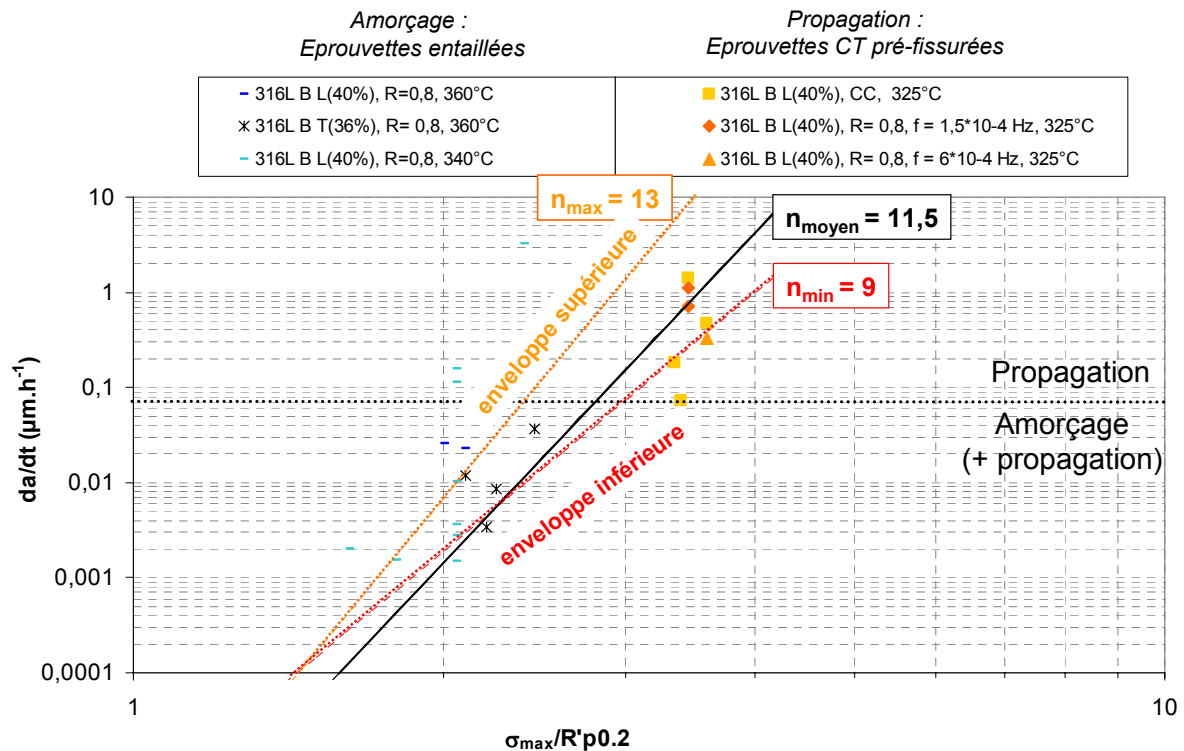


Figure 6-42 : Effet du chargement sur les cinétiques de propagation lente et de propagation rapide. Acier 316 L B

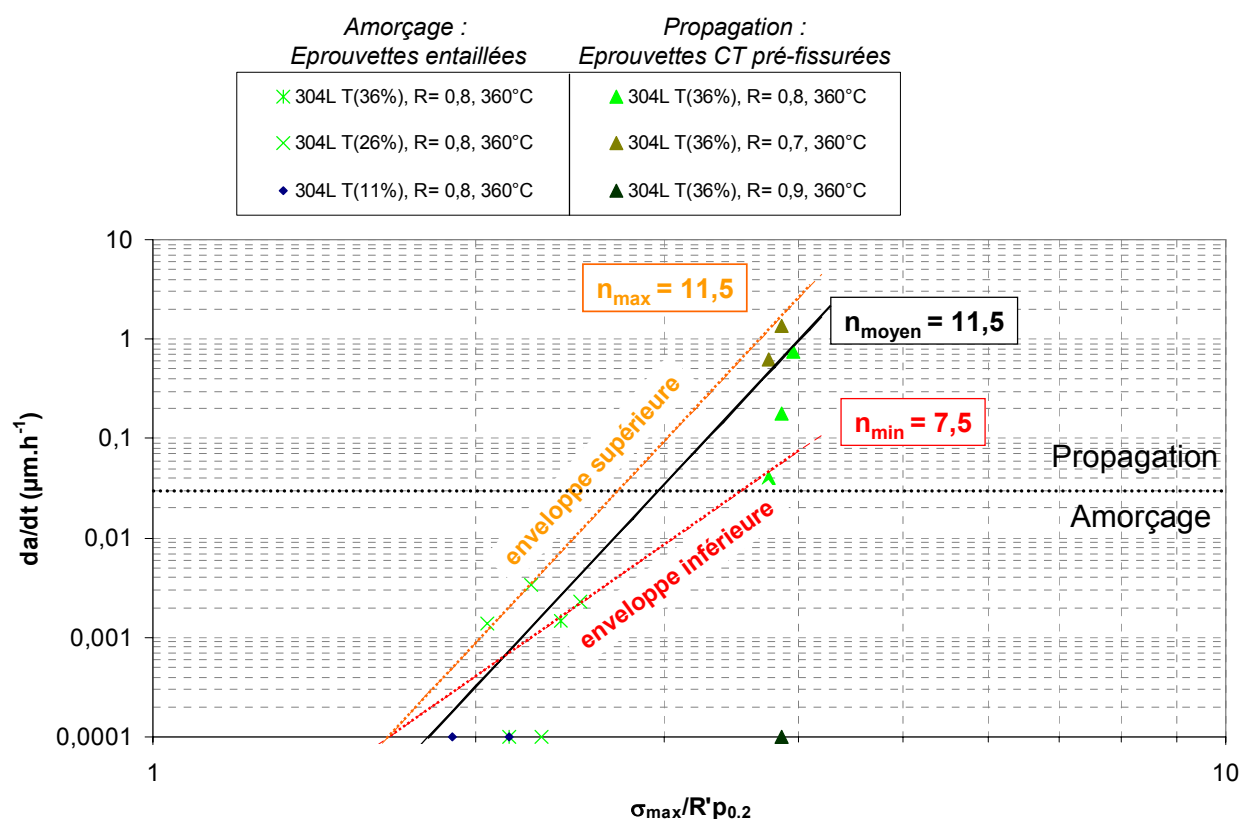


Figure 6-43 : Effet du chargement sur les cinétiques de propagation lente et de propagation rapide. Acier 304 L. Les vitesses de propagation nulles ont été décalées à  $0,0001 \mu\text{m.h}^{-1}$

### 6.3.3. Effet du trajet de chargement

Des essais comparatifs ont été réalisés sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction T(36%) pour deux trajets de chargement complexes ( $90^\circ$  et  $45^\circ$ ), (Chapitre 5, Figure 5-21). Les résultats expérimentaux ont permis d'appuyer les conclusions suivantes :

- un trajet de chargement à  $90^\circ$  est plus sévère qu'un trajet de chargement à  $45^\circ$  pour l'acier 316L A pré-déformé par T(36%),
- un trajet de chargement à  $45^\circ$  ne semble pas plus sévère qu'un trajet de chargement à  $90^\circ$  pour l'acier 304L T(36%).

On rappelle (Chapitre 2, Figure 2.54) que Couvant a comparé, pour l'acier 304L, les trajets de déformation monotones et complexes obtenus par une pré-déformation par cisaillement puis un changement de trajet de chargement caractérisé par un angle  $\alpha$  de  $90^\circ$  ou  $45^\circ$  (Couvant 2004 a et b). Couvant démontre qu'un trajet de déformation complexe favorise l'amorçage intergranulaire tandis qu'un trajet de déformation monotone conduit principalement à une fissuration intragranulaire. Il montre également qu'un trajet de chargement à  $45^\circ$  génère des fissures intergranulaires plus profondes qu'un trajet à  $90^\circ$ , le phénomène étant d'autant plus marqué que la pré-déformation par cisaillement est importante.

Une profondeur maximale de fissure de CSC de  $52 \mu\text{m}$  a été observée expérimentalement en 1400 h pour l'acier 316L A T(36%),  $90^\circ$ , sous un chargement trapèze avec une force maximale appliquée de 4700 N (Chapitre 5, Tableau 5-19). Pour comprendre le rôle du trajet de chargement, des calculs par éléments finis ont été réalisés pour trois trajets de chargement :  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ , en utilisant la loi de comportement identifiée pour l'acier 316L A au Chapitre 3, Paragraphe 3.2.3. Ces calculs visent à évaluer la déformation plastique cumulée en fond d'entaille au fur et à mesure des cycles de chargement pour une entaille en U avec une profondeur de 0,5 mm et un rayon en fond d'entaille de 0,055 mm sur une éprouvette de 2 mm de diamètre. La mise en charge à  $F_{\min}$  (3760 N) est réalisée en 1 h. Dix cycles trapèze sont simulés avec une force maximale appliquée de 4700 N, un temps de maintien de 57 minutes (Figure 6-44).

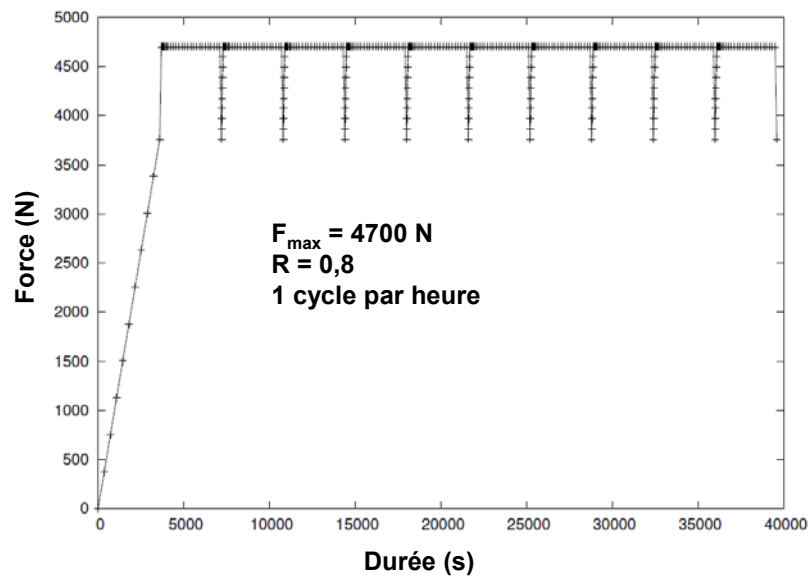


Figure 6-44 : Cycles de chargement simulés

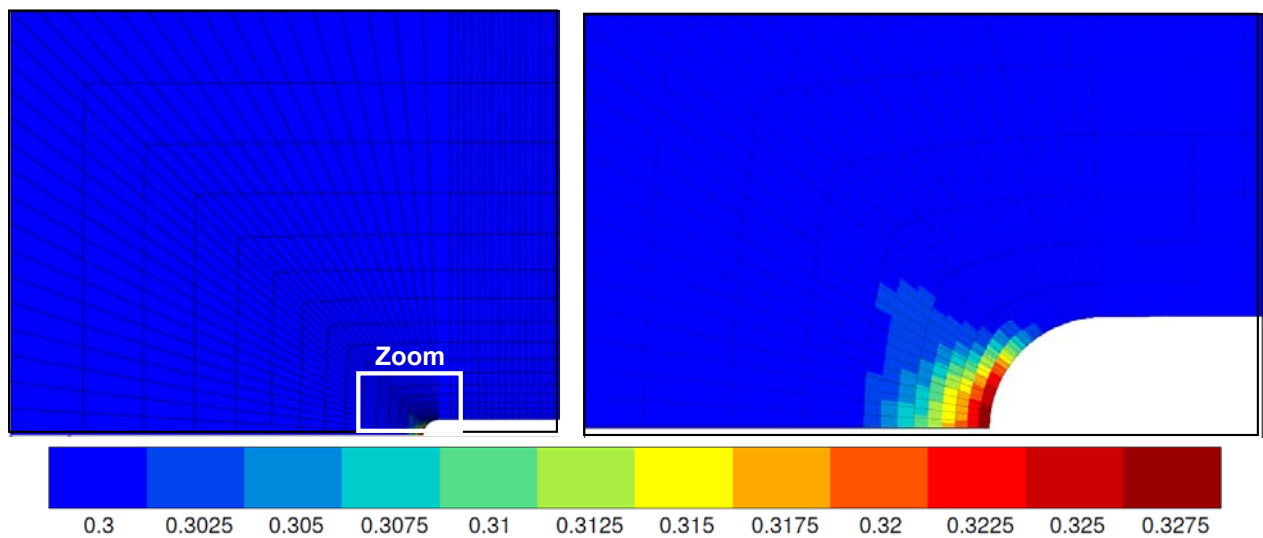


Figure 6-45 : Déformation plastique cumulée en fond d'entaille à l'issue de la mise en charge initiale à  $\sigma_{\min}$  (instant  $t = 3600 \text{ s}$  sur la Figure 6-45). Acier 316L A T(36%),  $\alpha = 90^\circ$

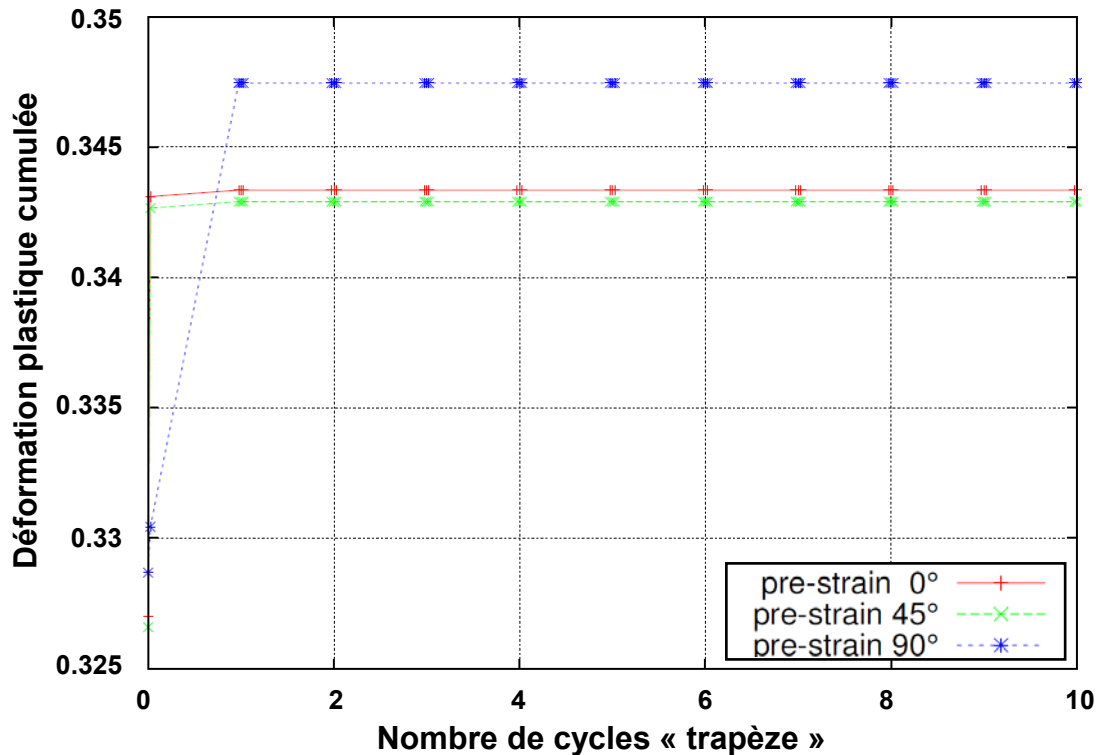


Figure 6-46 : Evolution de la déformation plastique pour l'acier 316L A T(36%)

La déformation plastique cumulée est équivalente pour un trajet de chargement monotone ou complexe à 45° (Figure 6-46). Pour un trajet de chargement à 90°, la déformation plastique augmente de façon importante lors du premier cycle puis se stabilise. Ces résultats sont cohérents avec les résultats des essais mécaniques olygocycliques. En effet, nous avons observé que la déformation plastique se stabilise rapidement pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%) pour un trajet de chargement à 45° ou 90°, essais réalisés à l'ambiante, sous un chargement triangulaire (sans temps de maintien) avec une amplitude de déchargement  $R = 0$  pour exacerber les tendances. Par contre, pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(36%) à 45° ou 90°, ces essais mécaniques ont mis en évidence une augmentation de la déformation plastique cumulée avec le nombre de cycles. Cette augmentation est faible pour le trajet de chargement à 90°. Par contre elle est importante et observée jusqu'à rupture dans le cas du trajet de chargement à 45°. On s'attend donc à ce que la déformation plastique cumulée en fond d'entaille augmente au fur et à mesure des cycles trapèze imposés pendant l'essai de CSC pour l'acier 304L pré-déformé par traction T(36%) à 45°. Ce raisonnement conduit à supposer une sensibilité à l'amorçage plus élevée pour l'acier 304L que pour l'acier 316L A du fait des différences de comportement mécanique. Cela n'a pas été observé expérimentalement, les données disponibles indiquent plutôt une sensibilité plus faible de l'acier 304L. Toutefois, l'acier 304L n'a pas été testé dans les conditions d'essai les plus sévères de l'étude. Les conclusions quant à l'effet du trajet de chargement témoignent de la nécessité de compléter les données disponibles pour l'acier 304L.

Les résultats expérimentaux n'ont pas mis en évidence de différence franche en termes de profondeur maximale de fissuration pour les aciers 316L A et B pré-déformés T(36%) à 90°. Par contre, pour les états laminés, des fissures observées dans l'acier 316L B sont plus profondes que dans l'acier 316L A. Or les aciers 316L A et B laminés L(40%) ont subi des trajets de déformation différents, en raison d'un nombre de passes de laminage différent. Il serait intéressant de caractériser expérimentalement l'évolution de la déformation plastique pour les deux matériaux laminés.

Dans notre étude, peu de différences ont été observées entre les matériaux de l'étude et les effets relèvent essentiellement du niveau de pré-déformation associé au trajet de chargement. A ce stade, les effets observés peuvent être intégrés directement à l'indice de contrainte par l'intermédiaire de la limite d'écoulement.

### 6.3.4. Effet de l'état de surface

#### 6.3.4.1. Résultats disponibles : notre étude et celle du CEA

Deux essais analogues ont été réalisés au CEA sur l'acier 316L B écroui par laminage et soumis à un chargement trapèze ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2, 340^{\circ}\text{C}} = 2,40$ ). Herms compare un état de surface usiné par électro-érosion (entaille en U sans passage de fil) et un état usiné par rectification (entaille en V) (Herms 2010). Pour l'état brut d'électro-érosion, les fissures observées restent courtes ( $a_{\max} = 10 \mu\text{m}$ ) malgré un chargement élevé et une durée d'essai de 2750 h. Au contraire, pour l'état rectifié une fissure significative ( $> 800 \mu\text{m}$ ) est observée en un temps très court (250h). La transition vers la propagation rapide a donc été franchie. Herms observe également que l'amorçage obtenu sur une surface usinée par électro-érosion est multiple et que les amorces sont souvent très ramifiées. Ces résultats concordent avec les résultats obtenus dans notre étude.

Nous avons montré qu'avec un usinage par électroérosion, la densité linéique des fissures est plus élevée qu'avec un usinage par rectification. L'effet est amplifié lorsqu'un fil diamanté est passé en fond d'entaille avant essai de CSC. Les fissures sont de plus moins profondes qu'en l'absence de passage du fil. Ces effets ont été vérifiés sur les aciers 316L A et B pré-déformés par traction T(36%) et par laminage L(40%). Le passage du fil après usinage par électro-érosion augmente donc le temps d'amorçage.

Sur les Figure 6-47 et Figure 6-48, les profondeurs maximales des amorces obtenues pour chaque état de surface ont été reportées selon le chargement relatif et la durée d'essai. Les données du CEA pour des chargements relatifs comparables (2,4 et 2,05) ont été ajoutées. Les profondeurs de fissures obtenus sur un état rectifié sont plus importantes que celles obtenues sur un état électro-érodé. De plus, le passage du fil diminue la profondeur maximale des fissures.

L'analyse des densités linéiques vérifie que les fissures sont peu nombreuses dans le cas d'un état rectifié. Des amorces plus nombreuses sont observées dans le cas d'une entaille usinée par électro-érosion avec passage du fil diamanté comparativement à une entaille brute d'électro-érosion (voir Chapitre 5, Figure 5-39, Figure 5-44 et Figure 5-50).

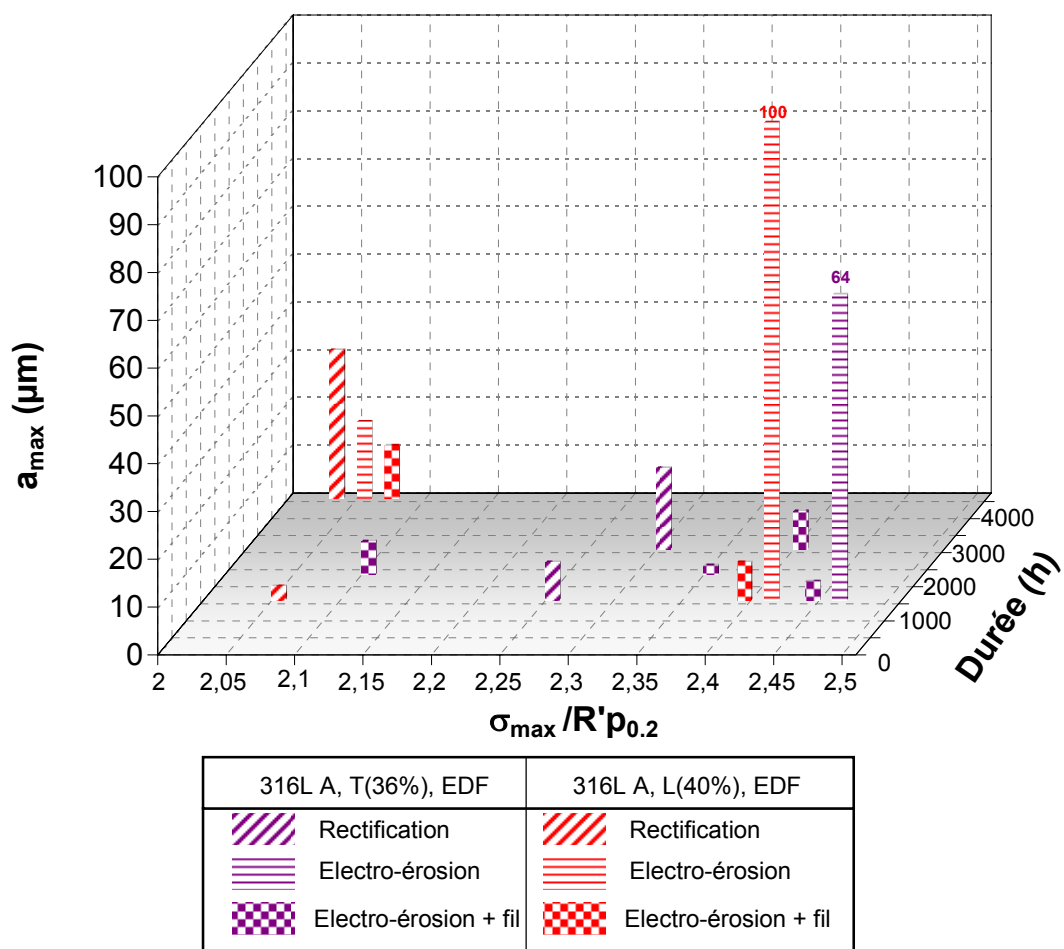


Figure 6-47 : Effet de l'état de surface sur la profondeur maximale des fissures de CSC. Acier 316L A pré-déformé par traction T(36%) ou par laminage L(40%)



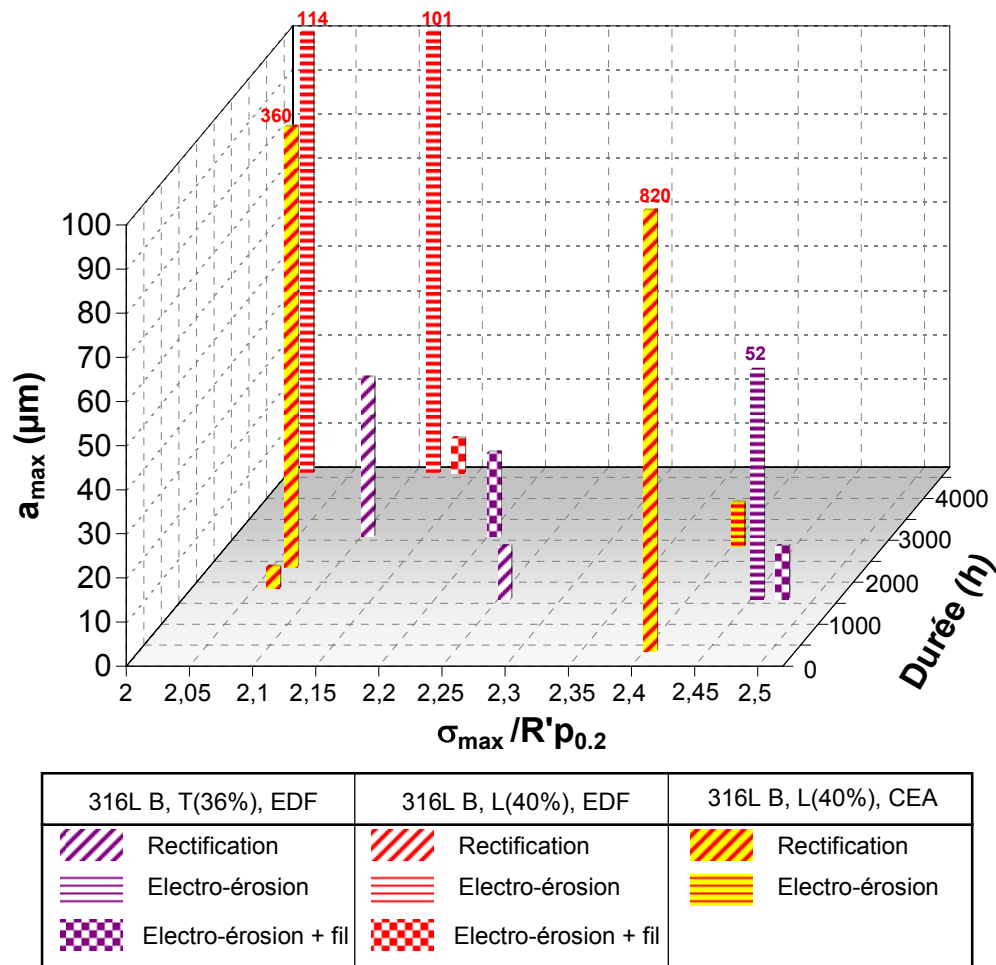


Figure 6-48 : Effet de l'état de surface sur la profondeur maximale des fissures de CSC. Acier 316L B pré-déformé par traction T(36%) ou par laminage L(40%).

Herms suppose que l'effet de l'état de surface en fond d'entaille (repli de métal, arrachement de matière) est associé à des contraintes résiduelles importantes. En effet, la rugosité en fond d'entaille usinée par électro-érosion est plus importante que suite à un usinage par rectification (Chapitre 4, Figure 4-6 et Figure 4-8). L'intérêt théorique de l'électro-érosion est pourtant d'introduire peu d'écrouissage de surface lors de l'usinage. Nous allons maintenant nous attacher à dissocier et interpréter les effets du passage du fil diamanté en fond d'entaille avant essai de CSC et les effets du procédé d'usinage (électro-érosion vs rectification).

### 6.3.4.2. Caractérisation de la finition au fil diamanté par mesures de nano-dureté

Des profils de nanodureté ont été réalisés en fond d'entaille dans une direction perpendiculaire à l'apex du U sur une distance de 200  $\mu\text{m}$ , avec un pas de 2  $\mu\text{m}$ . Ces profils ont été réalisés avant et après essais de CSC pour des entailles usinées par électro-érosion avec et sans passage du fil diamanté (Tableau 6-10).

Tableau 6-10 : Conditions expérimentales pour lesquelles un profil de nano-dureté a été réalisé

Acier	Pré-déformation	Eprouvette	Entaille	Procédé d'usinage	Fil	Essais de CSC	$\sigma_{max}/R'p_{0.2, 360^\circ\text{C}}$	durée d'essai (h)
316 L A	T(36%)	1510TT3	B (U)	Electro-érosion	non	non	-	-
		1510T0T2	B (U)	Electro-érosion	oui	non	-	-
		1617T36T1	B (U)	Electro-érosion	non	oui	2,45	1400
		1617T36T1	A (U)	Electro-érosion	oui	oui	2,45	1400

Les profils de nano-indentation réalisés sur une entaille brute d'électro-érosion et sur une entaille usinée par électro-érosion puis préparée au fil diamanté sont comparés (Figure 6-49). Le profil réalisé

sur une entaille usinée par électro-érosion ne met pas en évidence d'écrouissage de surface. Par contre, le passage du fil diamanté introduit un écrouissage de surface sur une profondeur de 20 à 30  $\mu\text{m}$ .

Les duretés après essai de CSC, c'est-à-dire après chargement en milieu sont ensuite comparées pour les états de surface «brut d'électro-érosion» et «électro-érosion + fil» (Figure 6-50). On vérifie que les duretés en fond d'entaille sont globalement plus élevées après essai de CSC. Toutefois les profils réalisés présentent des variations de dureté importantes. Les pics observés peuvent correspondre à la présence d'un joint de grains, de ferrite ou d'un précipité à l'emplacement de la mesure. De plus, les variations observées pour des profils réalisés sur le même échantillon à des localisations différentes peuvent également résulter de la préparation manuelle au fil diamanté qui ne garantit pas un résultat homogène (Figure 6-50).

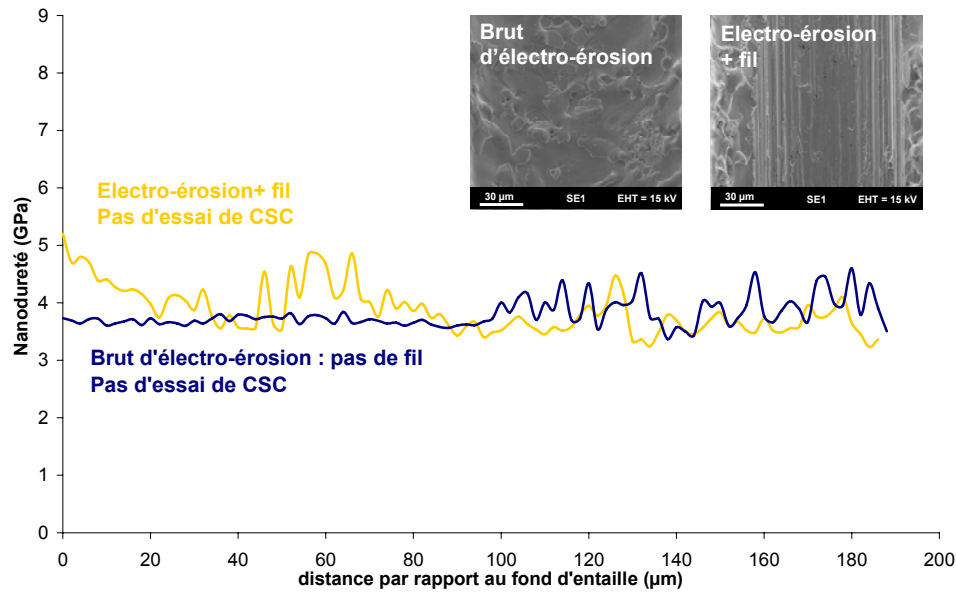


Figure 6-49 : Profils de nanodureté en fond d'entailles usinées par électro-érosion avec ou sans passage de fil. Acier 316L A T(36%) avant essai de CSC

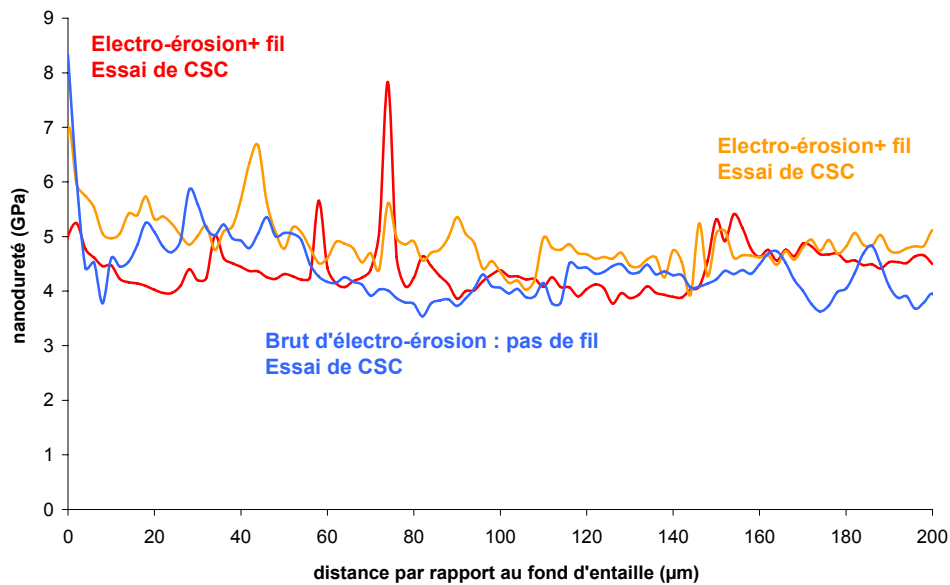


Figure 6-50 : Profils de nanodureté en fond d'entailles usinées par électro-érosion avec ou sans passage de fil. Acier 316L A T(36%) après essai de CSC

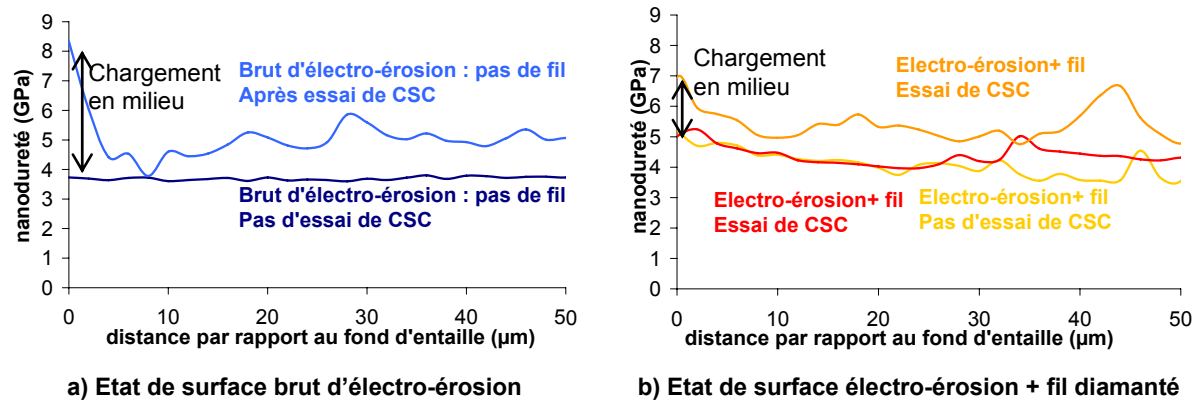


Figure 6-51 : Evolution de la dureté en fond d'entaille avec le chargement en milieu

$$\sigma_{\max} / R'p_{0.2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,45 - \text{Acier 316L A T(36\%)}$$

Toutefois, la dureté maximale atteinte en fond d'entaille après essai est globalement plus élevée pour un état de surface brut d'électro-érosion que pour un état de surface résultant de l'électro-érosion et du passage du fil diamanté (Figure 6-51). Le même chargement a été appliqué aux deux entailles. Il semble donc que le passage du fil ait généré un écrouissage de surface conduisant à sur-estimer l'écrouissage lors du chargement en milieu.

### 6.3.4.3. Effet du fil diamanté

Pour vérifier qualitativement l'effet du passage du fil, un nouveau calcul de chargement a été réalisé pour l'acier 316L A, T(36%). Le passage du fil induit un écrouissage de surface. Nous comparerons donc la contrainte maximale atteinte en fond d'entaille en l'absence d'écrouissage supplémentaire à celle obtenue en faisant l'hypothèse d'une augmentation de la limite d'écoulement de 15%. Une deuxième hypothèse simplificatrice est ainsi posée. L'écrouissage supplémentaire introduit dans la loi de comportement est un écrouissage en volume et non pas en surface.

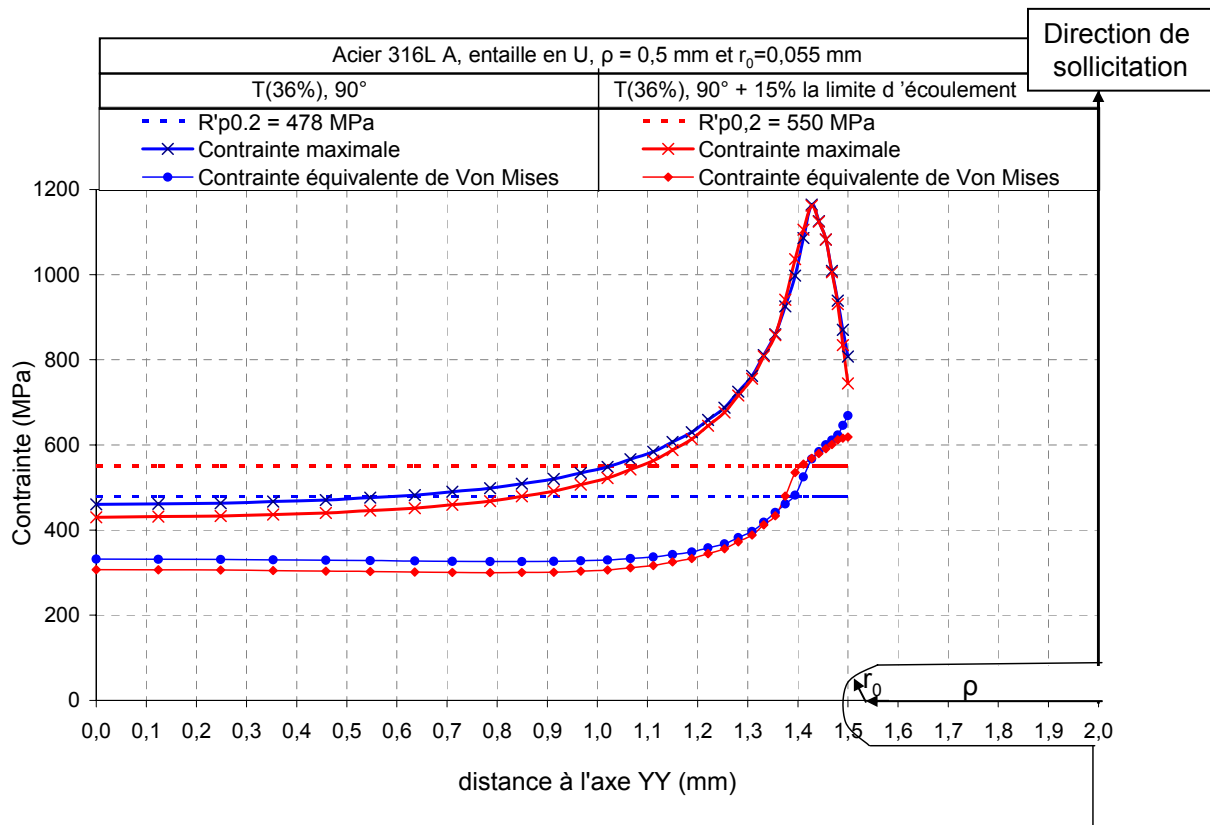
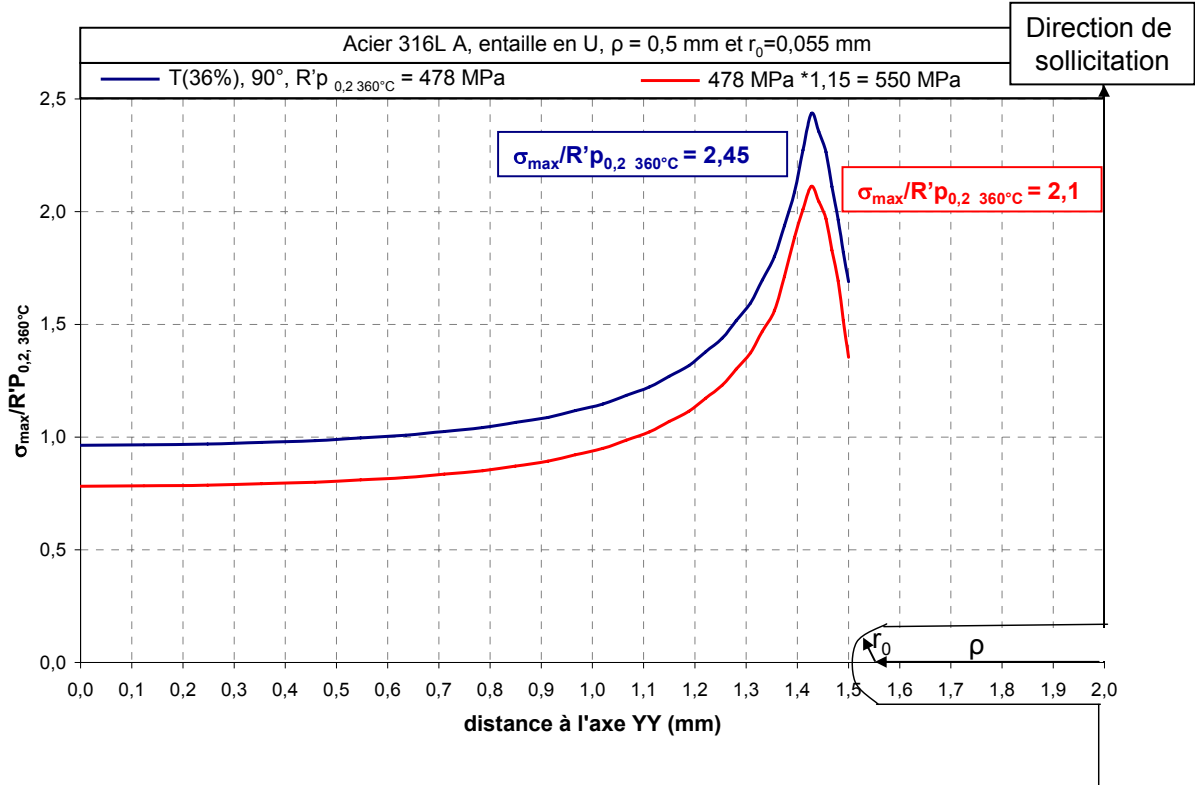


Figure 6-52 : Etats des contraintes en fond d'entaille (U,  $\rho = 0,5$  mm,  $r_0 = 0,055$  mm). Force appliquée de 4500 N

En fond d'entaille, l'augmentation de la limite d'écoulement de 15% ne modifie pas la contrainte maximale atteinte (Figure 6-52) et la valeur de la contrainte équivalente de Von Mises est elle aussi peu modifiée. Par contre, à cœur, la contrainte suivant l'axe de chargement et la contrainte équivalente de Von Mises se stabilisent à des valeurs plus faibles dans le cas d'un sur-écrouissage de 15%.

La contrainte suivant l'axe de chargement est ensuite rapportée à la limite d'écoulement du matériau. L'introduction d'un sur-écrouissage se traduit par une diminution du chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}}$ .



**Figure 6-53 : Acier 316L A T(36%), sous-estimation du rapport  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}}$  si un écrouissage supplémentaire est introduit (par exemple lors du passage du fil). Calcul pour une entaille en U ( $\rho = 0,5 \text{ mm}$ ,  $r_0 = 0,055 \text{ mm}$ ), soumise à une force appliquée de 4500 N**

La compilation des résultats de nano-dureté et des calculs de chargement qualitatifs démontre que la finition de surface au fil diamanté a introduit un écrouissage de surface et a donc conduit à sur-estimer le niveau de chargement relatif pendant l'essai. Ces conclusions sont donc cohérentes avec les observations expérimentales qui tendent à montrer que les amorces sont en moyenne plus courtes lorsqu'une finition au fil diamanté est réalisée. Toutefois, les résultats d'amorçage présentent une grande dispersion, et ces conclusions ne sont pas toujours vraies si l'on considère les entailles individuellement au lieu de moyenner les résultats. En effet, l'écrouissage de surface généré par le passage du fil n'est vraisemblablement pas homogène, ni d'une entaille à l'autre, ni même sur la périphérie de l'entaille. L'identification de l'effet du passage du fil ne remet donc pas en cause la validité statistique de l'évaluation des différents effets des paramètres tels que la contrainte ou la durée, réalisée sur tous les états de surface confondus.

Une connaissance précise des écrouissages de surface initiaux serait nécessaire pour affiner la discussion. Toutefois, au vu de l'ensemble des résultats expérimentaux, il ne semble pas nécessaire de réaliser de finition de surface au fil diamanté pour travailler sur la transition propagation lente / propagation rapide.

#### 6.3.4.4. Effet de l'usinage par électro-érosion

Une lame mince a été prélevée au FIB dans un acier 304L T(26%) après 5000 h d'essai sous un chargement maximal  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2 \text{ } 360^{\circ}\text{C}} = 2,25$ . Après usinage par électro-érosion, un fil diamanté a été passé en fond d'entaille. Une amorce de 3,6  $\mu\text{m}$  de profondeur a été observée au MEB (Figure 6-54). Le plan de prélèvement de la lame contient l'amorce de fissure de CSC visible sur coupe. Après prélèvement, la lame est analysée en microscopie électronique en transmission.

Les résultats sur la nature de la couche d'oxyde ont déjà été présentés dans le Chapitre 5 (Paragraphe 5.2.3).

L'acier étudié est l'acier 304L, majoritairement austénitique avec une taille de grains moyenne de 50  $\mu\text{m}$ . Le cliché de diffraction obtenu dans l'acier, près de la surface présente des anneaux typiques d'un matériau à grains nanométriques (Figure 6-54). Le diaphragme de sélection d'aire a été choisi de façon à éviter d'inclure l'oxyde. La structure de l'acier proche de la surface est donc nanocristalline.

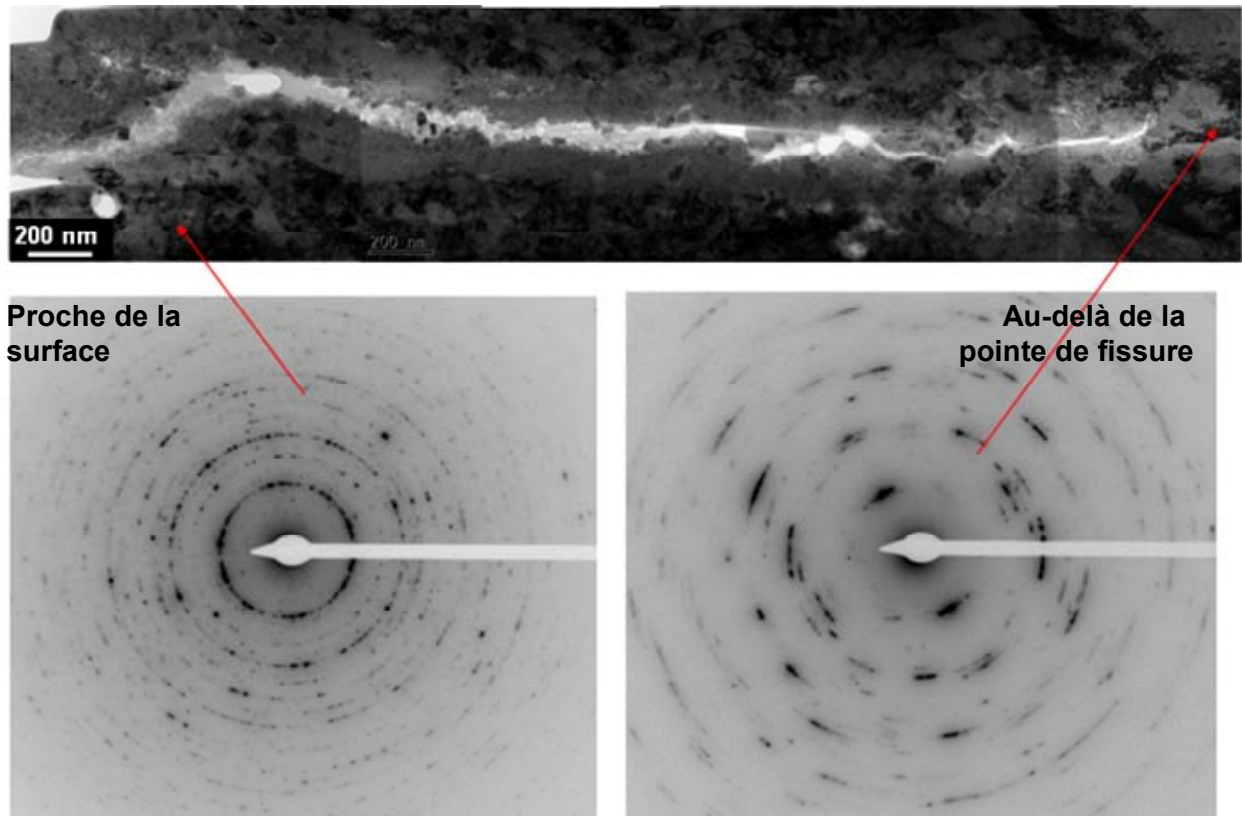


Figure 6-54 : Structure de l'acier près de la surface de l'entaille

Le cliché de diffraction réalisé dans l'acier au niveau de la pointe de fissure présente à nouveau des anneaux. La structure de l'acier est donc nanocristalline dans toute la zone fissurée. Par contre, au-delà de la pointe de fissure, le cliché de diffraction obtenu ne présente plus d'anneaux continus. Toutefois, les tâches de diffraction sont fortement étalées (Figure 6-54) : les désorientations locales sont donc importantes. La structure attendue pour l'acier 304L (grains équiaxes bien définis) n'a pas été observée sur la longueur de la lame.

Le procédé d'usinage des entailles par électro-érosion a pu modifier la structure de l'acier en peau. On peut supposer que l'effet de l'électro-érosion commence à décroître au-delà de la profondeur observée de la fissure soit environ 4  $\mu\text{m}$ .

Du fait de la structure nanocristalline de l'acier, il est difficile d'identifier la nature intergranulaire ou intragranulaire de la fissure. La taille des grains étant très faible, un chemin de fissuration intergranulaire est probable.

### 6.3.5. Conclusion

La tentative d'application du modèle des indices à la CSC des aciers inoxydables, en vue de la prédiction du temps à la transition propagation lente / propagation rapide a mis en évidence les éléments synthétisés ci-dessous.

L'indice température peut être considéré comme égal à 1 dans la gamme 290°C-360°C

L'effet de la pré-déformation peut être intégré à l'indice «contrainte». Une dépendance au chargement relatif a été estimée équivalente à une loi puissance avec un exposant de 11,5 ( $\sigma_{\max}/R'p_{0.2}$ )<sup>11,5</sup>.

La comparaison des cinétiques d'amorçage et de propagation en termes de facteur d'intensité des contraintes (éventuellement apparents) conforte l'idée d'une valeur-seuil de K pour obtenir la transition propagation lente / propagation rapide. Cette valeur dépend du mode de chargement ainsi que de la pré-déformation imposée au matériau. La valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes pour la transition propagation lente-propagation rapide est au maximum de 18 MPa. $\sqrt{m}$  dans le cas de l'acier 316L B T(36%), 90°. Cette valeur est comprise entre 10 MPa. $\sqrt{m}$  et 16 MPa. $\sqrt{m}$  pour l'acier 316L B laminé L(40%), 90°. La même analyse pour l'acier 316L A conduit à une valeur seuil de K similaire ( $\leq 18$  MPa. $\sqrt{m}$ ) pour des états de pré-déformation T(36%), 90° et L(40%), 90°. Les essais d'amorçage sur l'acier 304L n'ont pas permis d'observer la transition propagation lente / propagation rapide. Toutefois, on retiendra la valeur de 9 MPa. $\sqrt{m}$  pour l'acier 304L sollicité en traction lente.

Le trajet de chargement appliqué peut altérer la résistance du matériau à la CSC en favorisant le cumul de déformation plastique. L'état de surface peut également augmenter ou diminuer la durée nécessaire pour obtenir la propagation lente et / ou la propagation rapide, par exemple en raison d'un écrouissage superficiel de surface. Il ressort donc qu'il est nécessaire de connaître l'état local des contraintes pour parvenir à une modélisation physique de la transition propagation lente / propagation rapide.

Enfin l'effet matériau se manifeste par l'intermédiaire du comportement mécanique, en lien avec le cumul ou la stabilisation de la déformation plastique sous chargement cyclique.

## Résumé

Deux seuils d'amorçage ont été définis pour caractériser la sensibilité à l'amorçage des aciers 304L, 316L A et 316L B en milieu primaire de REP : un seuil d'amorçage vrai (profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ ) et un seuil d'amorçage multiple (densité linéique supérieure à 0,003  $\mu\text{m}^{-1}$ ). Le domaine dit d'amorçage se termine avec la transition propagation lente / propagation rapide.

La profondeur critique atteinte lors de la transition propagation lente / propagation rapide diminue lorsque le niveau de pré-déformation augmente. Une profondeur critique de fissure de 10 à 20  $\mu\text{m}$  a été déterminée pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage. La profondeur critique de fissure est comprise entre 20  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  pour les matériaux pré-déformés par traction.

Des seuils de dureté ont été définis dans la littérature pour définir la propagation lente et la propagation rapide des fissures de CSC. Ces seuils sont insuffisants pour décrire l'état de contraintes local. En particulier, ils ne rendent pas compte de l'effet du trajet de déformation dont on a vu l'effet sur la sensibilité à amorçage (angle entre chargements successifs ou nombre de passes de laminage).

Les pénétrations d'oxyde peuvent constituer la première manifestation de la fissuration par CSC. Leur intégration aux résultats d'amorçage modifie essentiellement la densité linéique des défauts. Peu de pénétrations d'oxyde ont été observées sur l'acier 304L. Pour les aciers 316L A et B, la courbe limite d'amorçage vrai n'est pas modifiée par l'intégration des pénétrations d'oxyde. La courbe limite d'amorçage multiple est, pour sa part, décalée vers les chargements relatifs faibles et les durées courtes. La transition amorçage / amorçage multiple est observée plus tôt pour les aciers 316L A et B que pour l'acier 304L à niveau de pré-déformation comparable, ce qui va dans le sens d'une sensibilité à l'amorçage supérieure pour les aciers 316L A et B. Peu de différences sont observées entre les aciers 316L A et 316L B. Le seuil d'amorçage multiple correspond à la courbe d'iso-profondeur moyenne de 3  $\mu\text{m}$  pour l'acier 316L A pré-déformé par traction T(36%). Pour l'acier 316 L B pré-déformé dans les mêmes conditions, cette transition semble également coïncider avec la courbe d'iso-profondeur de 3  $\mu\text{m}$ . D'autre part, la profondeur maximale semble être le paramètre pertinent pour définir le passage, une fois dans le domaine d'amorçage multiple, entre propagation lente et propagation rapide.

La durée a donc un effet prédominant sur la sensibilité à l'amorçage vrai. Une fois l'amorçage multiple franchi, l'effet de la contrainte devient plus important et a finalement un effet du premier ordre sur la profondeur des fissures au-delà de la transition propagation lente / propagation rapide.

Un critère global a été proposé pour réunir les deux aspects de l'amorçage de la fissuration que sont la densité de fissures et leurs profondeurs. Trois seuils ont été proposés :  $CG_{sa} = 0,017$  pour l'amorçage vrai,  $CG_{sm} = 0,01$  pour l'amorçage multiple et  $CG_p = 1$  pour la propagation.

Dans un deuxième temps, nous avons tenté d'appliquer le modèle des indices aux aciers inoxydables austénitiques. L'indice température  $I_\theta$  peut être considéré comme constant car l'effet de la température est négligeable dans la gamme 290°C-360°C. L'indice contrainte  $I_\sigma$  est estimé proportionnel à  $\sigma^{-11,5}$  pour les trois matériaux. Cette estimation nécessite d'être affinée mais présente d'ores et déjà une bonne cohérence avec les résultats de propagation. La comparaison des données d'amorçage et de propagation conforte l'hypothèse d'une valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes  $K_{ISCC}$  au-delà de laquelle la transition propagation lente / propagation rapide est réalisée. De plus, il est nécessaire de connaître le chemin de déformation subi par le matériau car ce facteur influe sur la déformation plastique cumulée. Les méthodes de préparation de surface génèrent également des états de surface, a minima différents en termes d'écrouissage. De plus, les analyses en microscopie électronique en transmission ont mis en évidence la structure nanocristalline de l'acier en surface d'une entaille usinée par électro-érosion sur une profondeur de plusieurs micromètres. La présence de nombreux joints de grains est favorable à l'amorçage intergranulaire, mais ralentit visiblement la propagation des défauts créés.

Il apparaît donc nécessaire de connaître l'état local du champ des contraintes pour parvenir à une compréhension fine de l'amorçage des fissures de CSC et, in fine, parvenir à une modélisation robuste du temps à l'amorçage vrai et / ou expérimental.



*Conclusion générale et perspectives*

---

## 7. Conclusion générale et perspectives

### 7.1. Conclusion

Quelques cas de fissuration par CSC de morphologie intergranulaire ont été rapportés pour les aciers inoxydables austénitiques exposés au milieu primaire de REP, sans que la présence d'espèces polluantes ait pu être identifiée. Une précédente étude, lancée au début des années 2000 ([Couvant 2004b](#), [Tribouilloy 2007a](#)), a permis d'identifier les conditions nécessaires à la propagation des fissures de CSC pour les aciers inoxydables écrouis. Il a ainsi été démontré qu'une pré-déformation importante associée à un chargement cyclique favorisait ce mode d'endommagement. Une étude paramétrique de la vitesse de propagation des fissures de CSC a défini un cycle trapèze optimal pour étudier la fissuration intergranulaire. Ce cycle de chargement trapèze est caractérisé par :

- une amplitude  $R = 0,8$ ,
- un temps de maintien de 57 min,
- une fréquence  $f = 2,9 \cdot 10^{-4}$  Hz.

De plus, un trajet de déformation complexe conduit majoritairement à des fissures de CSC de morphologie intergranulaire tandis qu'un trajet de déformation monotone favorise la fissuration par CSC intragranulaire.

La présente étude avait pour objectifs d'améliorer la compréhension du rôle de la pré-déformation sur la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques et de poser les jalons nécessaires au développement d'un modèle semi-empirique, sur la base duquel sera calculé le temps à l'amorçage. A ces fins, des matériaux ont été pré-déformés par traction ou par laminage avant essai de CSC. Au total quatre niveaux de pré-déformation ont été étudiés : T(11%), T(26%), T(36%) et L(40%).

Notre analyse repose sur des essais d'amorçage de la CSC réalisés sur éprouvettes axisymétriques entaillées soumises au chargement trapèze défini ci-dessus, en milieu primaire simulé à 360°C. Le dépouillement des résultats a essentiellement été réalisé sur coupes métallographiques au MEB. Une analyse non destructive a en outre été menée par laminographie sous rayonnement synchrotron sur plus d'une demi-entaille afin de valider le caractère statistique de l'analyse métallographique grâce à la reconstitution du volume imagé et à la comparaison des mesures de profondeurs de fissures entre les deux techniques. On retiendra, toutefois, la nécessité de répéter les essais et les observations en raison de la nature statistique de l'amorçage.

Dans cette étude, la morphologie des fissures a été analysée en microscopie optique ou au MEB après attaque électrochimique. La majorité des amorces obtenues a été identifiée comme étant intragranulaire. Des amorces intergranulaires ont également été observées sans qu'aucune tendance ne puisse être dégagée. Toutefois, les analyses en microscopie électronique en transmission ont mis en évidence la structure nanocristalline de l'acier en surface de l'entaille sur une profondeur de plusieurs micromètres. La présence de nombreux joints de grains est favorable à l'amorçage intergranulaire, et la taille des nanograins ne permet pas d'identifier la morphologie de l'amorçage au MEB.

Un oxyde bicouche d'environ 150 nm d'épaisseur a été observé sur les lèvres de la fissure. L'oxyde interne est de type spinelle  $(Fe, Mn)_x(Fe, Cr)_{2-x}O_4$ . L'oxyde externe correspond à  $Fe_3O_4$ . En pointe de fissure, seul un oxyde de type spinelle riche en Fe et en Cr a été observé. Aucune pénétration d'oxyde en avant de la pointe de fissure n'a été mise en évidence. De plus, une zone enrichie en Ni et appauvrie en Fe et en Cr a été observée dans l'acier à l'interface oxyde / métal. La présence d'oxyde de chrome  $Cr_2O_3$  n'a pas pu être confirmée, sans que nous puissions statuer catégoriquement sur son absence.

Trois seuils ont été définis pour caractériser la sensibilité à l'amorçage des aciers 304L, 316L A et 316L B en milieu primaire de REP : l'amorçage vrai (profondeur supérieure à 1  $\mu m$ ), l'amorçage multiple (densité linéique supérieure à 0,003  $\mu m^{-1}$ ), puis l'amorçage expérimental qui correspond à la transition propagation lente / propagation rapide. Les résultats expérimentaux ont démontré que la durée a un effet prédominant sur la sensibilité à l'amorçage vrai. Une fois, l'amorçage multiple franchi, l'effet contrainte devient du premier ordre et a finalement un effet prédominant sur la profondeur des fissures au-delà de la transition propagation lente / propagation rapide.

La possibilité d'amorcer des fissures de CSC sur les aciers 304L, 316L A et 316L B pré-déformés par traction est avérée. Des cartes de sensibilité à l'amorçage vrai et à l'amorçage multiple à 360°C ont

été déterminées en fonction du chargement relatif et de la durée d'essai. Nous retiendrons que la courbe-limite d'amorçage, basée sur la détection d'une amorce d'au moins 1 µm de profondeur, est décalée vers les temps longs et les contraintes plus élevées lorsque la pré-déformation diminue. Ainsi l'amorçage vrai est obtenu pour l'acier 316L A laminé L(40%) en une durée inférieure ou égale à 1400 h sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'_{p0.2, 360^\circ\text{C}} = 2,05$ . Une valeur de  $\sigma_{\max}/R'_{p0.2, 360^\circ\text{C}}$  supérieure à 2 semble nécessaire pour amorcer des fissures de CSC en quelques milliers d'heures sur les matériaux pré-déformés par traction. Pour des valeurs de  $\sigma_{\max}/R'_{p0.2, 360^\circ\text{C}}$  supérieures à 2,2 et des durées d'essais supérieures à 3000 h, un amorçage multiple est attendu.

L'ensemble des essais réalisés a confirmé un fort effet du trajet de chargement sur la sensibilité à l'amorçage des matériaux étudiés, quel que soit le niveau de pré-déformation. La comparaison de deux trajets de chargement séquentiels caractérisés par  $\alpha = 90^\circ$  et  $\alpha = 45^\circ$  a montré qu'un trajet de chargement à  $90^\circ$  conduit à une déformation plastique cumulée supérieure au trajet  $\alpha = 45^\circ$  pour l'acier 316L T(36%). Des essais mécaniques oligocycliques réalisés à l'ambiante ont mis en évidence une stabilisation rapide de la déformation plastique pour l'acier 316L A. Des essais similaires ont abouti à une augmentation de la déformation plastique cumulée jusqu'à la rupture pour l'acier 304L, T(36%),  $45^\circ$ . Il est donc raisonnable de supposer que l'acier 304L est plus sensible à l'effet du trajet de chargement que l'acier 316L A. La démonstration expérimentale reste toutefois à réaliser.

Les pénétrations d'oxyde peuvent être considérées comme la première manifestation de la fissuration par CSC. Leur intégration aux résultats d'amorçage modifie essentiellement la valeur de densité linéique des défauts (amorces + pénétrations d'oxyde). Cette intégration modifie peu la courbe limite d'amorçage vrai mais décale la courbe limite d'amorçage multiple vers les chargements relatifs plus faibles et les durées plus courtes. La transition amorçage / amorçage multiple est observée plus tôt pour les aciers 316L A et B que pour l'acier 304L à niveau de pré-déformation comparable, ce qui va dans le sens d'une sensibilité à l'amorçage supérieure pour les aciers 316L A et B. Cette conclusion, contradictoire avec le comportement oligocyclique de l'acier 304L, pourrait être un artefact résultant d'une base de données limitée pour l'acier 304L.

Un critère global a été proposé pour réunir les deux aspects de l'amorçage de la fissuration que sont la densité de fissures et leurs profondeurs. Trois seuils ont été proposés :  $CG_{sa} = 0,017$ ,  $CG_{sm} = 0,01$  et  $CG_p = 1$ . Ce critère est utile pour caractériser l'amorçage mais c'est la profondeur maximale qui semble être le paramètre pertinent pour définir la transition entre propagation lente et propagation rapide.

La profondeur critique atteinte lors de la transition propagation lente / propagation rapide diminue lorsque le niveau de pré-déformation augmente. Une profondeur critique de fissure de 10 à 20 µm a été déterminée pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage, en bon accord avec les résultats de la littérature. La profondeur critique de fissure est comprise entre 20 µm et 50 µm pour les matériaux pré-déformés par traction. De plus, la cinétique de propagation augmente d'un facteur 100 entre les domaines de propagation lente et de propagation rapide pour les matériaux pré-déformés par laminage soumis à un chargement trapèze.

Une fois définie la transition propagation lente / propagation rapide, il a été possible d'utiliser les données de notre étude et de la littérature pour tenter d'adapter le modèle des indices au calcul du temps à l'amorçage expérimental des fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques. Le modèle des indices, tel que développé pour l'alliage 600, prend la forme d'une relation empirique entre la durée minimale  $t$  pour la fissuration d'un composant, l'indice de sensibilité d'un composant ( $I_m$ ), la contrainte ( $I_\sigma$ ) et la température ( $I_\theta$ ) en service (Equation 7-1).

$$t \approx t_{\text{amorçage}} = \frac{10000}{I_m \cdot I_\theta \cdot I_\sigma} \quad 7-1$$

L'indice température  $I_\theta$  peut être considéré comme constant car l'effet de la température est négligeable dans la gamme  $290^\circ\text{C}$ - $360^\circ\text{C}$ .

L'indice contrainte  $I_\sigma$  intègre l'effet de la pré-déformation et du trajet de chargement par l'intermédiaire de la limite d'écoulement (Equation 7-2).

$$I_\sigma = A \left( \frac{\sigma_{\max}}{R'_{p0.2}} \right)^{11,5} \quad 7-2$$

La valeur de l'exposant pour la contrainte (11,5) devra être affinée mais présente d'ores et déjà une bonne cohérence avec les résultats de propagation. La comparaison des données d'amorçage et de propagation conforte l'hypothèse d'une valeur-seuil du facteur d'intensité des contraintes  $K_{ISCC}$  au-delà de laquelle la transition propagation lente / propagation rapide est réalisée.

De même, l'état de surface est un paramètre important à maîtriser, car il peut affecter l'état des contraintes locales, par exemple par l'intermédiaire d'un écrouissage superficiel. Notre analyse ne rend pas compte de l'état de surface du matériau. Un facteur correctif sur le chargement relatif appliqué permettra d'étendre le modèle à la présence d'un écrouissage de surface.

Il apparaît donc nécessaire de connaître l'état local du champ des contraintes pour parvenir à une compréhension fine de l'amorçage des fissures de CSC; et in fine, parvenir à une modélisation robuste du temps à l'amorçage vrai et / ou expérimental.

## 7.2. Perspectives

Pour affiner l'analyse de l'effet de la pré-déformation, des essais d'amorçage supplémentaires sont nécessaires (Figure 7-1) :

- aux temps longs sous un chargement relatif  $\sigma_{\max}/R'p_{0,2, 360^{\circ}\text{C}} = 2,05$  pour les aciers pré-déformés par traction T(36%),
- aux temps courts en diminuant les niveaux de chargement relatif pour les aciers pré-déformés par laminage L(40%).

Ces données supplémentaires sont indispensables pour préciser la calibration de l'indice contrainte  $I_{\sigma}$  du modèle des indices.

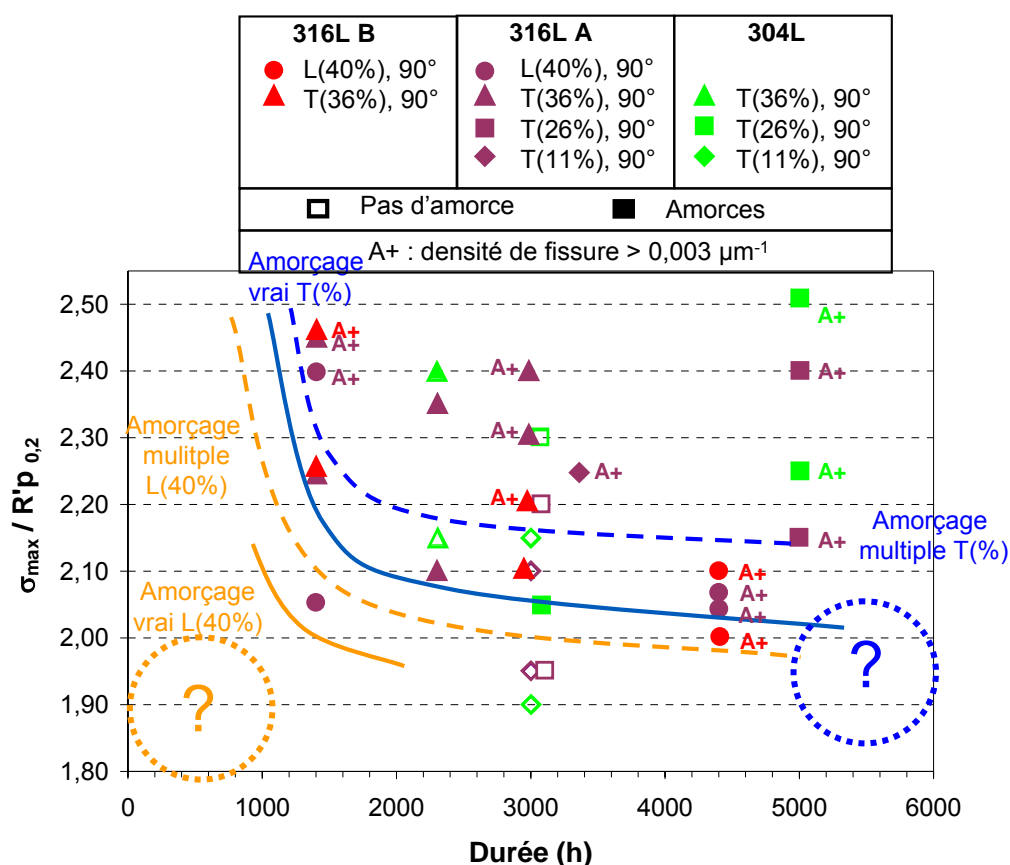


Figure 7-1 : Domaines de l'espace chargement relatif / durée d'essai à caractériser (cercles en pointillés)

La pré-déformation joue également un rôle sur la sensibilité à l'amorçage des fissures de CSC par l'intermédiaire du trajet de chargement. Il serait intéressant de caractériser le comportement mécanique hors milieu des aciers 304L et 316L A à 360°C et sous le même chargement trapèze que lors des essais de CSC. Ces données permettraient de calculer la déformation plastique cumulée lors des cycles de chargement en milieu au cours de l'essai de CSC. La même démarche appliquée à

l'acier 316L B pourrait expliquer que la vitesse de propagation lente des défauts semble plus élevée pour cet acier. Enfin, des différences de sensibilité à l'amorçage ont été observées pour les aciers 316L A et B laminés L(40%) avec un nombre de passes de laminage différents (3 et 120 respectivement). Une comparaison à même procédé de laminage semble essentielle pour améliorer la compréhension. De plus, une simulation du laminage suivi d'une sollicitation cyclique permettra d'accéder à l'évolution de la déformation plastique, variable qui semble être du premier ordre vis-à-vis de la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables austénitiques de type 304L et 316L.

Dans notre étude, les résultats n'ont pas permis d'identifier l'effet de la composition chimique sur la sensibilité à l'amorçage des fissures de CSC et éventuellement à l'aptitude au fluage. L'effet des rapports Cr/Ni et de l'EDE reste à confirmer et si nécessaire à paramétrer. C'est actuellement la direction prise par les études menées au CEA ([Rousseau 2011](#)).

A des fins d'ingénierie, un travail sur l'extrapolation aux temps longs et écrouissage moyen ferait sens. On pourra, par exemple, chercher à développer des équivalences temps / contrainte.







## 8. Références

- (Andresen 2001a) Andresen, P.L. "Perspective and direction of stress corrosion cracking in hot water", *The 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Lake Tahoe, Nevada: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Paper 004v (2001)
- (Andresen 2001b) Andresen, P.L., Angeliu, T.M. & Young, L.M. "Effect of martensite and hydrogen on SCC of stainless steels and alloy 600", *NACE International Corrosion 2001*. Houston, Texas. Paper 01228 (2001)
- (Andresen 2003) Andresen, P.L., Emigh, P.W., Morra, M.M. & Horn, R.M. "Effect of yield strength, corrosion potential, stress intensity factor, silicon and grain boundary character on the SCC of stainless steels", *The 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Stevenson, Washington: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 816-833 (2003)
- (Andresen 2005a) Andresen, P.L. & Morra, M.M. "Effects of positive and negative dK/da on SCC growth rates", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 167-181 (2005)
- (Andresen 2005b) Andresen, P.L., Emigh, P.W., Morra, M.M. & Hickling J. "Effects of PWR water chemistry and deaerated water on SCC", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 989-1006 (2005)
- (Angel 1954) Angel, T. "Formation of martensite in austenitic stainless steels", *Journal of Iron and Steel Institute*, **177**, 165-174 (1954)
- (Arioka 2003) Arioka, K., Kaneshima, Y., Yamada, T. & Terachi, T. "Influence of boric acid, hydrogen concentration and grain boundary carbide on IGSCC behaviors of SUS 316 under PWR primary water", *The 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Stevenson, Washington: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 18-28 (2003)
- (Arioka 2005) Arioka, K., Yamada, T., Terachi, T. & Chiba, G. "Influence of carbide precipitation and rolling direction on IGSCC growth behaviors of austenitic stainless steels in hydrogenated high temperature water", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 1061-1066 (2005)

- (Arioka 2007) Arioka, K., Yamada, T., Terachi, T. & Miyamoto, T. "Temperature, potential and sensitization effects on intergranular crack growth and crack-tip appearance of cold worked 316", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, British Columbia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Paper P0003. 13 p. (2007)
- (Ballinger 2008) Ballinger, R.G. "Light water reactors: materials of construction and their performance", *International conference on plant materials degradation - Application to the stress corrosion cracking of Ni-base alloys*. EDF R&D Les Renardières, Moret sur Loing, France (2008)
- (Bavay 1990) Bavay, J.C. "Aciers inoxydables austénitiques", in: *Les aciers inoxydables*, Lacombe P., Baroux B., Béranger G, Les éditions de physique, 567-610 (1990)
- (Benhamou 1999) Benhamou, C. & Amzallag, C. "Influence of manufacturing parameters on stress corrosion cracking of alloy 600 used in nuclear power plants", *Eurocorr 1999*. Aachen, Germany (1999)
- (Benhamou 2008) Benhamou, C. & Amzallag, C. "Use of Monte-Carlo methodology to predict stress corrosion initiation time of alloy 600 PWR components", *Workshop on Detection, Avoidance, Mechanisms, Modelling, and Prediction of SCC Initiation in Water-Cooled Nuclear Reactor Plants*. Beaune, France (2008)
- (Benhamou 2009) Benhamou, C. & Amzallag, C. "Prediction of stress corrosion initiation time of alloy 600 PWR components", *The 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Virginia Beach, Virginia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 109-118 (2009)
- (Béranger 1994) Béranger, G., "Cristallographie", in: *Le livre de l'acier*, Béranger G., Henry G., Sanz G., Technique et Documentation-Lavoisier, 65-92 (1994)
- (Birnbaum 1994) Birnbaum, H.K. & Sofronis, P. "Hydrogen-enhanced localized plasticity-a mechanism for hydrogen-related fracture", *Materials Science and Engineering A*, **176**(1-2), 191-202 (1994)
- (Boudot 1992) Boudot, R. "Méthode d'évaluation de la sensibilité à la corrosion sous contrainte en milieu primaire REP de pièces en alliage à base de nickel", *Rapport EDF No. HT-40/NEQ 1454D* (1992)
- (Bouget 2000) Bouget, F., Delnondedieu, M. & Massoud, J.P. "Etude métallurgique de l'effet de l'écrouissage sur les aciers inoxydables austénitiques", *Rapport EDF* (2000)
- (Boursier 1993) Boursier, J. M. "Fissuration par corrosion sous contrainte des alliages fer-nickel-chrome en milieu primaire de réacteur à eau sous pression", *Thèse de Doctorat*, Bordeaux 1 (1993)
- (Boursier 1995) Boursier, J.M., Desjardins, D. & Vaillant, F. "The influence of the strain-rate on the stress corrosion cracking of alloy 600 in high temperature primary water", *Corrosion Science*, **37**(3), 493-508 (1995)

- (Brass 2000) Brass, A.M., Chêne, J. & Coudreuse, L. "Fragilisation des aciers par l'hydrogène : étude et prévention", *Techniques de l'ingénieur*, M-175 (2000)
- (Bruemmer 2005) Bruemmer, S.M. & Thomas, L.E. "High-resolution characterizations of stress corrosion cracks in austenitic stainless steel from crack growth tests in BWR-simulated primary water", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 189-197 (2005)
- (Buffière 2005) Buffière, J.Y., Proudhon, H., Ferrié, E., Ludwig W., Maire, E. & Cloetens, P. "Three dimensional imaging of damage in structural materials using high resolution micro-tomography", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, **238**(1-4). 75-82 (2005)
- (Castano 2003) Castano, M., Garcia Redondo, M.S. & De Diego Velasco, G. "Crack growth rate of hardened austenitic stainless steels in BWR and PWR environments", *The 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Stevenson, Washington: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 845-854 (2003)
- (Couvant 2004a) Couvant, T., Vaillant, F., Boursier, J.M. & Delafosse, D. "Effect of the strain path on the stress corrosion cracking of AISI 304L stainless steel in PWR primary environment at 360°C", *Eurocorr 2004*. Nice, France (2004)
- (Couvant 2004b) Couvant, T. "Corrosion sous contrainte en milieu primaire nominal REP de l'acier inoxydable austénitique AISI 304L écroui", *Rapport EDF No. HT-29/03/040/A* (2004)
- (Couvant 2005) Couvant, T., Legras, L., Vaillant, F., Boursier, J.M. & Rouillon, Y. "Effect of strain-hardening on stress corrosion cracking of AISI 304L stainless steel in PWR primary water at 360°C", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 1069-1079 (2005)
- (Couvant 2007a) Couvant, T., Legras, L., Pokor, C., Vaillant, F. & Brechet, Y. "Investigations on the mechanisms of PWSCC on strain hardened austenitic stainless steels", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, Canada (British Columbia). 499-514 (2007)
- (Couvant 2007b) Couvant, T., Herms, E., Combrade, P., Vaillant, F., Raquet, O. & de Bouvier, O. "Effect of chlorides and sulfates on the SCC of austenitic stainless steel in PWR environment", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, Canada (British Columbia). Paper P0049 (2007)
- (Couvant 2008) Couvant, T., Vaillant, F., Ghys, T., Legras, L. & Huin N. "Interaction between strain localization and EAC in austenitic alloys in PWR environments - Second interim progress report", *Rapport EDF No. H-T29-2008-00945* (2008)

- (Couvant 2009) Couvant, T., Legras, L., Herbelin, A., Musienko, A., Ilevbare, G., Delafosse, D., Cailletaud, G. & Hickling, J. "Development of understanding of the interaction between localized deformation and SCC of austenitic stainless steels exposed to primary PWR environment", *The 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Virginia Beach, Virginia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 182-194 (2009)
- (Couvant 2010) Couvant, T., Proix, T. M., Ilevbare, G. & Roy P. "Effect of crystal plasticity on IGSCC susceptibility of Ni-base alloys and austenitic stainless steels", *Quantitative Micro-Nano (QMN) approach to predicting SCC of Fe-Cr-Ni Alloys*. Sun Valley, Idaho (2010)
- (De Currières 2008) De Currières, I. & Meunier, M.-C. "Prediction of PWSCC initiation in Steam Generator alloy 600 tubes by the Index Model: comparison between model and experience", *Workshop on Detection, Avoidance, Mechanisms, Modelling, and Prediction of SCC Initiation in Water-Cooled Nuclear Reactor Plants*. Beaune, France (2008)
- (Delabrouille 2004) Delabrouille, F. "Caractérisation par MET de fissure de corrosion sous contrainte d'alliages à base nickel : influence de la teneur en chrome et de la chimie du milieu", *Thèse de Doctorat*, Institut National Polytechnique de Toulouse (2004)
- (Eichelmann 1953) Eichelmann, G.H. & Hull, F. "The effect of composition on temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18.8 stainless steel", *Transactions of the ASM*, **45**, 77-104 (1953)
- (Ford 1984) Ford, F.P. "Current understanding of the mechanisms of stress corrosion and corrosion fatigue" in : *Environment Sensitive Fracture : evaluation and comparison of tests methods*, ASTM-STP 821, ed. S.W. Dean, E.N. Pugh, G.M. Ugiansky, 32-51 (1984)
- (François 1991) François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. "Comportement mécanique des matériaux, volume II: élasticité plasticité" Hermès (1991)
- (François 2001) François, M. "A plasticity model with yield surface distortion for non proportional loading", *International Journal of plasticity*. **17**(5), 703-717 (2001)
- (Gao 1982) Gao, Y.C. & Hwang, K.C. "Elastic-plastic fields in steady crack growth in a strain hardening material", *5th International Conference on Fracture (ICF5)*, Cannes, France, ed. D. François, Pergamon 669-682 (1982)
- (Garud 2009) Garud, Y.S. & Ilevbare, G.O. "A review and assessment of cold-work influence on SCC of austenitic stainless steels in light water reactor environment", *The 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Virginia Beach, Virginia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 780-790 (2009)
- (Gendron 1993) Gendron, T.S., Bushby, S.J., Cleveland, R.D. & Newman, R.C. "Oxidation embrittlement of alloy 600 in hydrogenated steam at 400°C" in : *Corrosion-Deformation interactions CDI'96* (Maney Publishing.). ed. T. Magnin. 484-495 (1993)

- (Gourgues 1997) Gourgues, A.F. "Interaction mécanique-oxydation à haute température dans l'alliage 600 : application à la fissuration dans le milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression", *Thèse de Doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1997)
- (Guerre 2005) Guerre, C., Raquet, O., Herms, E., Le Calvar, M. & Turlier, G. "SCC Growth behavior of austenitic stainless steels in PWR primary water conditions", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 1029-1036 (2005)
- (Guerre 2007) Guerre, C., Raquet, O., Herms, E., Marie, S. & Le Calvar, M. "SCC crack growth rate of cold-worked austenitic stainless steels in PWR primary water conditions", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, British Columbia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 676-699 (2007)
- (Helfen 2011) Helfen, L., Myagotin, A., Mikulík, P., Pernot, P., Voropaev, A., Elyyan, M., Di Michiel, M., Baruchel, J. & Baumbach, T. "On the implementation of computed laminography using synchrotron radiation", *Review of Scientific Instruments*, **82**, 063702 (2011)
- (Herms 2005) Herms, E., Raquet, O. & Sejourne, L. "Fissuration des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire REP. Synthèse des résultats", *Rapport CEA No. RT-DPC/SCCME 05-709-A* (2005)
- (Herms 2008) Herms, E. & Sejourne, L. "Amorçage de la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire REP- avancement annuel 2008", *Rapport CEA No. NT DPC/SCCME 08-431-A* (2008)
- (Herms 2009a) Herms, E., Raquet, O., Sejourne, L. & Vaillant, F. "SCC of cold worked stainless steels exposed to primary water conditions : susceptibility to initiation", *Eurocorr 2009*. Nice, France, Paper 7861 (2009)
- (Herms 2009b) Herms, E., & Sejourne, L. "Amorçage de la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques écrouis en milieu primaire REP-Synthèse des résultats obtenus sur l'acier 316L écroui par laminage", *Rapport CEA No. NT DPC/SCCME 09-481-A* (2009)
- (Herms 2010) Herms, E., Sejourne, L. & Maquignon, A. "Amorçage de la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire REP-action corro 545- avancement 2010", *Rapport CEA No. DPC/SCCME 10-546-A* (2010)
- (Herms 2011a) Herms, E., Rousseau, M. & Vaillant, F. "Initiation of SCC on cold-work austenitic stainless steel in PWR primary water conditions", *Eurocorr 2011*. Stockholm, Sweden (2011)
- (Herms 2011b) Herms, E. "Amorçage de la corrosion sous contrainte de l'acier inoxydable austénitique 316L écroui en milieu primaire de REP - Avancement 2011", *Rapport CEA No. RT DPC/SCCME/ 11-852-A* (2011)

- (Huguenin 2010) Huguenin, P., Herms, E., Vaillant, F., Crépin, J., Duhamel, C. & Proudhon, H. "Approche expérimentale de l'amorçage de la CSC des aciers inoxydables austénitiques pré-déformés en milieu primaire de REP", *Matériaux 2010*. Nantes, France (2010)
- (Huijbregts 1986) Huijbregts, W.M. "Oxygen and corrosion potential effects on chloride stress corrosion cracking", *Corrosion* **42**(8), 456-462 (1986)
- (Ilevbare 2010) Ilevbare, G. & Cattant, F. "SCC of stainless steels under PWR service conditions", *International Symposium of Fontevraud 7*. Avignon, France. Paper O05-A115-T03. 12p. (2010)
- (Ishiyama 2005) Ishiyama, N., Mayuzumi, M., Mizutani, Y. & Tani, J. "Stress corrosion cracking of type 316 and 316L stainless steels in high temperature water", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 57-64 (2005)
- (Itow 2005) Itow, M., Itatani, M., Kikuchi, M. & Tanaka, N. "Crack growth behaviors of low carbon 316 stainless steels in 288°C pure water", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 65-70 (2005)
- (Jenssen 2005) Jenssen, A., Jansson, C. & Sundberg, J. "The effect of hold time on the crack growth rate of sensitized stainless steel in high temperature water", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 157-166 (2005)
- (Jiao 2007) Jiao, Z., Was, G.S. & Busby, J.T. "The role of localized deformation in IASCC of proton-irradiated austenitic stainless steels", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, Canada (British Columbia): TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 529-539 (2007)
- (Kuniya 1988) Kuniya, J., Masaoka, I. & Sasaki, R. "Effect of cold work on the stress corrosion cracking of non-sensitized AISI 304 stainless steel in high temperature oxygenated water", *Corrosion*, **44**(1), 21-28 (1988)
- (Lacombe 1990) Lacombe, P. & Béranger, G. "Structures et diagrammes d'équilibre des diverses nuances d'aciers inoxydables. Conséquences sur leurs traitements thermiques" in : *Les aciers inoxydables* (Les éditions de physique.). Lacombe P., Baroux B., Béranger G., 13-58 (1990)
- (Laghoutaris 2009) Laghoutaris, P. "Corrosion sous contrainte de l'alliage 600 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression : apport à la compréhension des mécanismes", *Thèse de Doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2009)
- (Le Hong 1998) Le Hong, S. "Modélisation de l'amorçage de la fissuration sous contrainte de l'alliage 600 en milieu primaire REP", *Rapport EDF No. H-T40-1998-04477-FR* (1998)



- (Leclercq 2005) Leclercq, S. & Besson, J. "Loi de comportement pour les aciers 304 et 316 des internes de cuve sous irradiation", *Rapport EDF No. HT-26/05/045/A* (2005)
- (Lemaitre 1988) Lemaitre, J. & Chaboche, J.L.. "Mécanique des matériaux solides", ed. Dunod (1988)
- (Léonard 2010) Léonard, F. "Study of stress corrosion cracking of alloy 600 in high temperature high pressure water", *Thèse de Doctorat*, University of Manchester (2010)
- (Logan 1952) Logan, H.L. "Film-rupture mechanism of stress corrosion", *Journal of research of the national bureau of standards*, **48**(2), 99-105 (1952)
- (Lohro 2012) Lohro, N., Quinta da Fonseca, J., Vaillant, F. & Leonard, F. "SCC susceptibility in alloy 600 with different strain histories", *Eurocorr 2012*. Istanbul, Turkey. 15p. (2012)
- (Lozano-Perez 2011) Lozano-Perez, S., Rodrigo, P. & Gontard, L.C. "Three dimensional characterization of stress corrosion cracks", *Journal of nuclear materials*, **408**(3), 289-295 (2011)
- (Lu 2005) Lu, Y.H., Peng, Q.J., Sato, T. & Shoji, T. "An ATEM study of oxidation behavior of SCC crack tips in 304L stainless steel in high temperature oxygenated water", *Journal of nuclear materials*, **347**(1-2), 52-68 (2005)
- (Lu 2008) Lu, Z., Tadeka, Y. & Shoji, T. "Some fundamental aspects of thermally activated processes involved in stress corrosion cracking in high temperature aqueous environments", *Journal of nuclear materials*, **383**(1-2), 92-96 (2008)
- (Lu 2011) Lu, Z., Shoji, T., Yamasaki, S., Fanjiang, M., Dan, T., Takeda, Y. & Negishi, K. "Deformation Mode and Microstructure on Stress Corrosion Cracking Path", *The 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Colorado Springs, Colorado: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 533-544 (2011)
- (Ludwigson 1969) Ludwigson, D.C. & Berger, J.A. "Plastic behaviour of metastable austenitic stainless steels", *Journal of iron and Steel Institute*, **207**, 413-419 (1969)
- (Lynch 2007) Lynch, S. "Progress towards understanding mechanisms of hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking", *NACE international Corrosion 2007*. Nashville, Tennessee. Paper 07490 (2007)
- (Magnin 1990) Magnin, T., Chieragatti, R. & Oltra, R. "Mechanism of brittle fracture in a ductile 316 alloy during stress corrosion", *Acta metallurgica et materialia*, **38**(7), 1313-1319 (1990)
- (Magnin 1996) Magnin, T., Chambreuil, A. & Bayle, B. "The corrosion-enhanced plasticity model for stress corrosion cracking in ductile fcc alloys", *Acta materialia*, **44**(4), 1457-1470 (1996)
- (Marquardt 1963) Marquardt, D.W. "An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters", *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, **11**(2), 431-441 (1963)



- (Maire 2004) Maire, E., Salvo, L., Cloetens, P. & Di Michiel, M. "Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux", *Techniques de l'ingénieur*, IN 20 (2004)
- (Massoud 1991) Massoud, J.P., Bethmont, M. & Champredonde, J. "Long term aging of cast duplex stainless steels between 300 and 400°C- Relationship between toughness properties and metallurgical parameters", in : *Duplex Stainless Steels'91* (1991)
- (Moulard 2002) Moulard, P. "Concentration en hydrogène dissous dans les milieux d'essais à haute température. Résultats expérimentaux", *Rapport EDF No. HT-29/02/020/A* (2002)
- (Newman 1994) Newman, R.C. "Developments in the slip-dissolution model of stress corrosion cracking", *Corrosion*, **56**(9), 682-686 (1994)
- (Oriani 1974) Oriani, R.A. "Equilibrium aspects of hydrogen-induced cracking of steels", *Acta metallurgica*, **22**(9), 1065-1074 (1974)
- (Peng 2004) Peng, Q.J., Kwon, J. & Shoji, T. "Development of a fundamental crack tip strain rate equation and its application to quantitative prediction of stress corrosion cracking of stainless steels in high temperature oxygenated water", *Journal of nuclear materials*, **324**(1), 52-61 (2004)
- (Petch 1956) Petch, N.J. "The lowering of fracture-stress due to surface adsorption", *Philosophical Magazine*, **1**(4), 331-337 (1956)
- (Philibert 1998) Philibert, J., Vignes, A., Brechet, Y. & Combrade, P. "Métallurgie: du minerai au matériau", ed. Masson (1998)
- (Pickering 1984) Pickering, F.B. "Physical metallurgical development of stainless steels", *The conference stainless steels* (1984)
- (Purtscher 1987) Purtscher P.T. & Read, D.T. "Effect of prior deformation on the 76 K fracture toughness of AISI 304L and AWS 308L stainless steels", *Journal of engineering materials and technology*, **109**(2), 151-156 (1987)
- (Raquet 2005) Raquet, O., Herms, E., Vaillant, F., Couvant, T. & Boursier, J.M. "SCC of cold-worked austenitic stainless steels in PWR conditions", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 1049-1059 (2005)
- (Rho 1998) Rho, B.S., Hong, H.U. & Nam, S.W. "The fatigue crack initiation at the interface between matrix and delta ferrite in 304L stainless steel", *Scripta Materialia*, **39**(10), 1407-1412 (1998)
- (Rousseau 2011) Rousseau, E. & Herms, E. "Etude de la sensibilité à la fissuration par Corrosion Sous Contrainte de l'acier inoxydable austénitique 316L écroui par laminage et de l'influence de sa composition chimique", Communication présentée à la réunion d'avancement FA 545 (2011)

- (Schmitt 1994) Schmitt, J.H., Shen, E.L. & Raphanel, J.L. "A parameter for measuring the magnitude of a change of strain path : validation and comparison experiments on low carbon steel", *International Journal of plasticity*, **10**(5), 535-551 (1994)
- (Scott 1993) Scott, P.M. & Le Calvar, M. "Some possible mechanisms of intergranular stress corrosion cracking of alloy 600 in PWR primary water", *The 6th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. San Diego, California: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society) (1993)
- (Scott 2001) Scott, P.M. & Benhamou, C. "An overview of recent observations and interpretations of IGSCC in Nickel base alloys in PWR primary water", *The 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Lake Tahoe, Nevada: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Paper 005v. 12 p. (2001)
- (Scott 2008) Scott, P.M. "Multiple crack initiation and crack coalescence in alloy 600 in a PWR environment", *Rapport EPRI No. 1014980* (2008)
- (Sennour 2009) Sennour, M., Laghoutaris, P., Guerre, C. & Molins, R. "Advanced TEM characterization of stress corrosion cracking of Alloy 600 in pressurized water reactor primary water environment", *Journal of nuclear materials*, **393**(2), 254-266 (2009)
- (Shih 1983) Shih, C.F. "Tables of Hutchinson-Rice-Rosengren singular field quantities", *Materials Research Laboratory Brown University No. MRL E-147* (1983)
- (Shoji 1992) Shoji, T. & Moriya, S. "Computer Simulation of Stress Corrosion Cracking", *International Conference on Corrosion -Deformation Interactions CDI'92*, 859-873. Fontainebleau, France, Les éditions de la physique, T. Magnin et J.M. Gras (1992)
- (Shoji 2003) Shoji, T., Li, G., Kwon, J., Matsushima, S. & Lu, Z. "Quantification of yield strength effects on IGSCC in austenitic stainless steels in high temperature water", *The 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Stevenson, Washington: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 834-844 (2003)
- (Shoji 2010) Shoji, T., Lu, Z. & Murakami, H. "Formulating stress corrosion cracking growth rates by combination of crack tip mechanics and crack tip oxidation kinetics", *Corrosion Science*, **52**(3), 769-779 (2010)
- (Staehle 1971) Staehle, R.W. "Stress corrosion cracking of the Fe-Cr-Ni alloy system cracking in alloys", in : *The theory of the stress corrosion cracking* , ed. J.C. Scully, NATO, 222-288 (1971)
- (Staehle 1995) Staehle, R. W. "Engineering with advanced and new materials", *Materials Science and Engineering*, **198**(1-2), 245-256 (1995)
- (Staehle 2008) Staehle, R.W. "Introduction to initiation", *Workshop on Detection, Avoidance, Mechanisms, Modelling, and Prediction of SCC Initiation in Water-Cooled Nuclear Reactor Plants*. Beaune, France (2008)

- (Staehele 2009) Staehele, R.W. "Multiple nano elements of SCC-transition from phenomenology to predictive mechanistics", *Eurocorr 2009*. Nice, France. Paper 7770 (2009)
- (Stutzmann 1997) Stutzmann, A. "Spécifications chimiques et radiochimiques – centrales REP", *Rapport EDF No. D5001/NRN/R84 442 – ind 2* (1997)
- (Tada, 1973) Tada, H., Paris, P. & Irwin, G. "The stress analysis of cracks handbook", *Del Research Corporation* (1973)
- (Tani 2001) Tani, J. & Kato. S. "Direct observation of stress corrosion cracks during slow strain rate test in stainless steel in high temperature water", *Corrosion engineering*, **50** 334-338, (2001)
- (Tice 2005) Tice, D., Platts, N., Rigby, K., Stairmand, J. & Fairbrother, H. "Environmentally assisted crack growth of cold-worked type 304 stainless steel in PWR environments", *The 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Salt Lake City, Utah. 1037-1048 (2005)
- (Tice 2007) Tice, D., Stairmand, J. W., Fairbrother, H.J. & Stock, A. "Crack growth testing of cold worked stainless steel in a simulated PWR primary water environment to assess susceptibility to stress corrosion cracking", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whistler, British Columbia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 1588-1604 (2007)
- (Totsuka 2005) Totsuka, N., Nishikawa, Y. & Kaneshima, Y. "Effect on strain rate on primary water stress corrosion cracking fracture mode and crack growth rate of nickel alloy and austenitic stainless steel", *Corrosion*, **61**(3), 219-229 (2005)
- (Tribouilloy 2007a) Tribouilloy, L. "Etude de la propagation par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques écrouis en milieu primaire de REP. Vers un modèle d'amorçage", *Thèse de Doctorat*, Bordeaux 1 (2007)
- (Tribouilloy 2007b) Tribouilloy, L., Vaillant, F., Olive, J.M. & Puiggali, M. "SCC of cold-worked austenitic stainless steels in PWR environment", *The 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Whisler, Canada: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 937-952 (2007)
- (Troiano 1960) Troiano, A.R. "The role of hydrogen and others interstitials in the mechanical behaviour of metals", *Transactions of the ASM*, **52**, 54-80 (1960)
- (Vaillant 2002) Vaillant, F., Moulard, P., Boursier, J.M., Amzallag, C. & Daret, J. "Crack growth rates in thick materials of alloy 600 and weld metals of alloy 182 in laboratory primary water. Comparison with field experience", *International symposium of Fontevraud 5*. Fontevraud, France (2002)

- (Vaillant 2008) Vaillant, F., Carrette, F., Cottis, R. & Léonard, F. "Development of a predictive model for SCC initiation of alloy 600 in primary water, SCC initiation Workshop", *Workshop on Detection, Avoidance, Mechanisms, Modelling, and Prediction of SCC Initiation in Water-Cooled Nuclear Reactor Plants*. Beaune, France (2008)
- (Vaillant 2009) Vaillant, F., Tribouilloy-Buissé, L. & Couvant, T. "Stress corrosion cracking propagation of cold-worked stainless in PWR environment", *The 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Virginia Beach, Virginia. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 172-181 (2009)
- (Vaillant 2011) Communication privée. (2011)
- (Wilde 1969) Wilde, B.E. & Weber, J.E. "Intergranular stress-corrosion resistance of austenitic stainless steels in water/oxygen environment: Accelerated Test Procedure", *British Corrosion Journal*, **4**(1), 42-46 (1969)
- (Wood 1983) Wood, G.C., Stott, F. H., Whittle, D.P., Shida, Y. & Bastow, B.D. "The high temperature internal oxidation and intergranular oxidation of nickel chromium alloys", *Corrosion Science*, **23**(1), 9-25 (1983)
- (Wright 2011) Wright, D., Di Gioacchino, F., Scenini, F., Quinta da Fonseca, J., Tice, D., Nouraei, S. & Mottershead, K.A. "Microstructural investigation on the effect of cold work on environmentally assisted cracking of austenitic stainless steel", *The 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Colorado Springs, Colorado: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 2335-2346 (2011)
- (Yonezawa 2009) Yonezawa, T., Kanasaki, H., Taneike, M. & Sakaguchi, Y. "Effect of chemical compositions on IGSCC resistance for strained hardened low carbon austenitic stainless steels in high temperature water", *The 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors*. Virginia Beach, Virginia: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 1274-1288 (2009)
- (Zapffe 1941) Zapffe, C.A. & Sims, C.T. "Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steels", *Transactions of the AIME*, **145**, 225-271 (1941)



## A.1. Résultats des essais d'amorçage obtenus sur l'acier 316L B L(40%), CEA

Le CEA mène une étude de l'amorçage des fissures de CSC sur les aciers inoxydables austénitiques exposés au milieu primaire de REP (Herms 2008), (Herms 2009a), (Herms 2009b), (Herms 2010), (Huguenin 2010), (Herms 2011a), (Herms 2011b), (Rousseau 2011). Dans le cadre de cette étude, des essais d'amorçage sur éprouvettes entaillées ont été réalisés sur l'acier 316L B (décrit dans notre étude au chapitre 2) après une pré-déformation par laminage en trois passes conduisant à une réduction d'épaisseur de 40%. La déformation équivalente est de 0,60.

Les essais sont réalisés en milieu primaire simulé (eau déminéralisée, 1000 ppm de B, 2 ppm de Li). Une suppression d'hydrogène est ajoutée conformément aux spécifications. Pour les différents essais décrits Tableau A.1-1, la concentration en hydrogène est comprise entre 25 et 35 mL (TPN) d'hydrogène par kilogramme d'eau. La concentration en hydrogène est contrôlée pendant l'essai par une sonde Ag/Pd. La gamme de température testée varie entre 290°C et 340°C Deux formes de chargement ont été utilisées, soit un chargement cyclique de forme trapèze, soit une sollicitation constante.

**Tableau A.1-1 : Essais du CEA réalisés sur le 316L B laminé à 40% de réduction d'épaisseur.**  
IGSCC : morphologie intergranulaire, TGSCC : morphologie intragranulaire,  $\sigma_{net}$  est la contrainte calculée avec la section de l'éprouvette à l'aplomb de l'entaille

Caractéristiques	$T(^{\circ}C)$	$\sigma_{max}$ (MPa)	durée (h)	$a$ ( $\mu m$ )
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1700	250	TGSCC & IGSCC 820
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1460	interrompu 1780	amorçage <5
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1460	2310	TGSCC & IGSCC 360
$R = 0,85$ et $f = 2.10^{-4}$ Hz	340	1460	2450	TGSCC 25-30
Essai de charge constante ( $\Phi$ int 2,5 mm au lieu de 2,8 mm)	340	1460	interrompu 6695	amorçage 5 à 10
Essai de charge constante ( $\Phi$ int 2,5 mm au lieu de 2,8 mm)	340	1460	9840 (poursuite de l'essai A5)	TGSCC & IGSCC 1100
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1150* $\sigma_{net} = 550$	interrompu 6550	amorçage TG <10
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1227	interrompu 6550	amorçage TG <10
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	310	1460	1530	amorçage 5
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	310	1460	3150	TGSCC & IGSCC 1200
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	290	1460	2350	TGSCC & IGSCC 220
$R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	290	1700	<1	fissuré à la mise en charge. TGSCC 10-20
Entaille en U $R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	1680* $\sigma_{net} = 920$	2750	amorçage 5 à 10
L(30%) $R = 0,85$ et $f = 3.10^{-4}$ Hz	340	$\sigma_{net} = 790$	1750	faciès ductile pas de CSC nette
* valeurs calculées avec le code ASTER				

## A.2. Identification de lois de comportement : application à l'acier 304L à l'ambiante

### A.2.1. Base expérimentale

La base expérimentale, construite pour identifier la loi de comportement macroscopique de l'acier 304L à l'ambiante comprend trois essais de traction à trois vitesses de déformation différentes à l'état de réception.

Deux trajets de déformation complexes à l'ambiante ont été étudiés :

- pré-déformation vraie de 0,31 (soit un allongement de 36%) par traction uniaxiale suivie d'une traction uniaxiale dans la direction perpendiculaire au premier chargement,
- pré-déformation vraie de 0,31 (soit un allongement de 36%) par traction uniaxiale suivie d'une traction uniaxiale dans la direction à 45° du premier chargement.

### A.2.2. Loi de comportement retenue

La loi de comportement retenue est une loi élastoviscoplastique (Chapitre 3).

On suppose l'élasticité isotrope. Nous avons vu que le comportement élastique peut être décrit avec deux variables uniquement dans le cas d'une symétrie cubique isotrope.

- le module de Young, déterminé expérimentalement à partir d'essais de traction uniaxiale,
- le coefficient de Poisson, fixé à 0.3 d'après la littérature ([Lemaitre 1988](#)).

La viscosité est décrite à l'aide d'une loi de Norton et l'écrouissage isotrope du matériau est décrit avec une loi puissance. On choisit également de décrire l'écrouissage cinématique du matériau à l'aide d'une loi puissance. Le critère de Von Mises est utilisé pour décrire le seuil de plasticité.

### A.2.3. Trajets de déformation complexes

Deux trajets de déformation complexes à l'ambiante ont été étudiés, avec un changement de direction de chargement de 90° ou de 45°.

La vitesse de déformation pour la pré-déformation est de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Le choix a été fait de travailler avec les essais de traction sur matériaux écrouis réalisés à la vitesse de déformation  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  afin de pouvoir séparer les effets de changement de direction des effets de la viscosité du matériau. Le changement de direction revient à effectuer une rotation de repère Figure A.2-1.

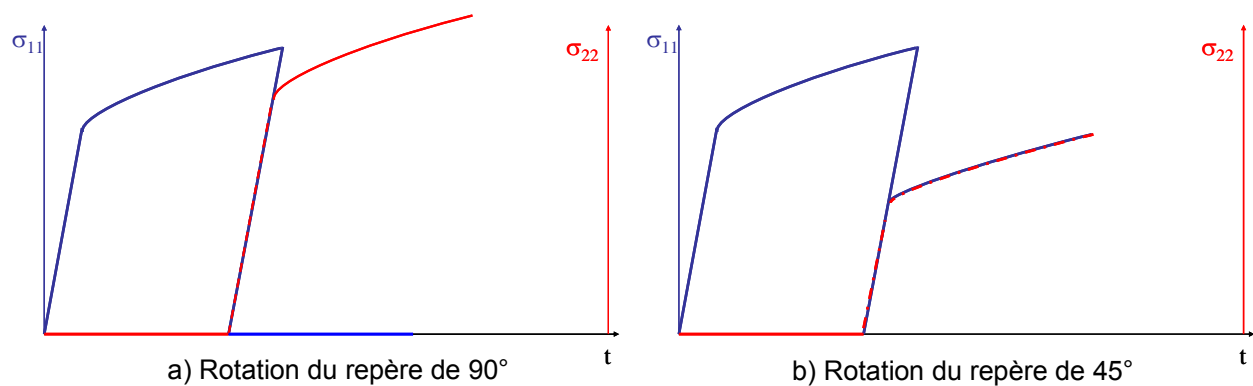


Figure A.2-1 : Description dans le repère d'origine de deux séquences de chargement uniaxial avec rotation du repère de 90° (a) ou 45° (b) entre les deux séquences



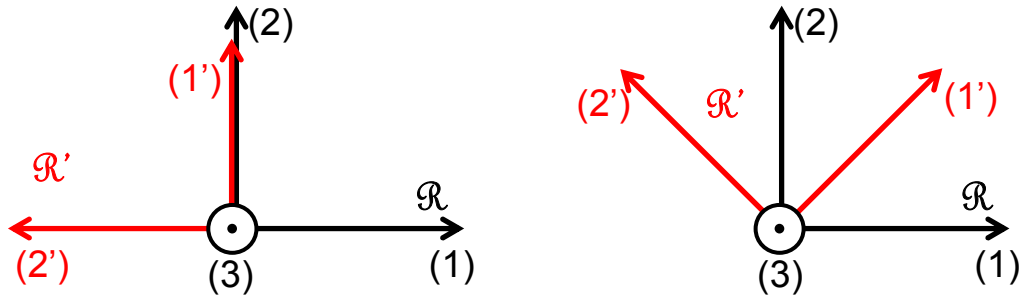


Figure A.2-2 : Rotation du repère d'origine de 90° ou 45°

Le repère  $R'$  est obtenu par une rotation du repère  $R$  d'angle  $\theta$  autour de l'axe (3).  $P$  est la matrice de passage du repère  $R$  vers le repère  $R'$  (Figure A.2-2).

$$P = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta & 0 \\ \sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{A.2-1}$$

$$P^{-1} = \begin{pmatrix} \cos \theta & \sin \theta & 0 \\ -\sin \theta & \cos \theta & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{A.2-2}$$

Le tenseur des contraintes  $\tilde{\sigma}'$  dans le repère  $R'$  pour un essai de traction uniaxiale s'écrit :

$$\tilde{\sigma}' = \begin{pmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{A.2-3}$$

En utilisant les formules de changement de repère :

$$\tilde{\sigma}' = P^{-1} \tilde{\sigma} P \quad \text{A.2-4}$$

$$\tilde{\sigma} = P \tilde{\sigma}' P^{-1} \quad \text{A.2-5}$$

Les composantes du tenseur de contraintes  $\tilde{\sigma}$  dans le repère  $R$  sont présentées dans le Tableau A.2-1 et dans le Tableau A.2-2 pour le tenseur des déformations dans le repère d'origine. On notera que le tenseur des déformations utilisé suppose un comportement isotrope. C'est l'hypothèse qui a également été utilisée au Chapitre 2 pour calculer la pré-déformation.

**Tableau A.2-1 : Calculs des composantes de  $\tilde{\sigma}'$  dans le repère R**

$\theta = 90^\circ$	$\theta = 45^\circ$
$P = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$P = \frac{\sqrt{2}}{2} \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$P^{-1} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$P^{-1} = \frac{\sqrt{2}}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$\tilde{\sigma}' = \begin{pmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_{R'}$	$\tilde{\sigma}' = \begin{pmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_{R'}$
$\tilde{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_R$	$\tilde{\sigma} = \frac{I}{2} \begin{pmatrix} \sigma & \sigma & 0 \\ \sigma & \sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}_R$

**Tableau A.2-2 : Calculs des composantes de  $\tilde{\varepsilon}'$  dans le repère R**

$\theta = 90^\circ$	$\theta = 45^\circ$
$P = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$P = \frac{\sqrt{2}}{2} \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$P^{-1} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$P^{-1} = \frac{\sqrt{2}}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 0 \\ -1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$\tilde{\varepsilon}' = \frac{I}{2} \begin{pmatrix} 2\varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & -\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\varepsilon \end{pmatrix}_{R'}$	$\tilde{\varepsilon}' = \frac{I}{2} \begin{pmatrix} 2\varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & -\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\varepsilon \end{pmatrix}_{R'}$
$\tilde{\varepsilon} = \frac{I}{2} \begin{pmatrix} -\varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & 2\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\varepsilon \end{pmatrix}_R$	$\tilde{\varepsilon} = \frac{I}{4} \begin{pmatrix} \varepsilon & 3\varepsilon & 0 \\ 3\varepsilon & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -\varepsilon \end{pmatrix}_R$

## A.2.4. Procédure d'optimisation des paramètres de la loi de comportement de l'acier 304 L

### A.2.4.1. Principe

L'optimisation consiste à identifier les paramètres de la loi de comportement choisie. Pour ce faire, une base expérimentale, construite avec des données expérimentales ou provenant de la littérature doit être comparée à des résultats de simulations numériques. L'optimiseur simule les essais expérimentaux à l'aide de la loi de comportement choisie puis modifie les valeurs des paramètres

laissés libres pour réduire l'écart entre les courbes expérimentales et simulées. Cet écart est calculé avec une méthode des moindres carrés.

L'optimisation des lois de comportement est réalisée ici avec le module « optimisation » du code de calcul ZeBuLoN. La fonction coût  $F$  à minimiser est calculée à partir de la somme des différences au carré entre expérience et simulation en modifiant un jeu de paramètres (**A.2-6**).

$$F(x) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N w_i (f(x, t_i) - y(t_i))^2 = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N w_i (f_i(x) - y_i)^2 \quad \text{A.2-6}$$

où  $F$  est la fonction coût,  $x$  est le jeu de paramètres à optimiser,  $t_i$  est une donnée expérimentale (par exemple le temps) et  $w_i$  est le poids associé à chaque expérience  $i$ . La méthode d'optimisation retenue dans cette étude est la méthode de Levenberg-Marquardt, classiquement utilisée pour l'identification de lois de comportement ([Marquardt 1963](#)). C'est une technique de calcul au premier ordre mise au point pour la méthode des moindres carrés.

#### A.2.4.2. Ecriture de la loi de comportement dans ZéBuLon

ZeBuLon permet de construire une loi de comportement de type dit «gen\_evp» à partir de briques élémentaires choisies par l'utilisateur. C'est un modèle à variable interne construit en utilisant une composante élastique et des potentiels associés à la dissipation d'énergie inélastique.

Le domaine de comportement élastique isotrope est défini *via* le module de Young et le coefficient de Poisson. Le module de Young déterminé expérimentalement vaut 160000 MPa et le coefficient de Poisson a été relevé dans la littérature à une valeur de 0,3 ([Lemaitre 1988](#)). Le comportement visqueux du matériau est décrit par l'intermédiaire d'une loi de Norton. L'érouissage isotrope du matériau est décrit par une loi puissance type Ramberg-Osgood. La dernière «brique» du modèle est un érouissage cinématique à saturation.

#### A.2.4.3. Résultats

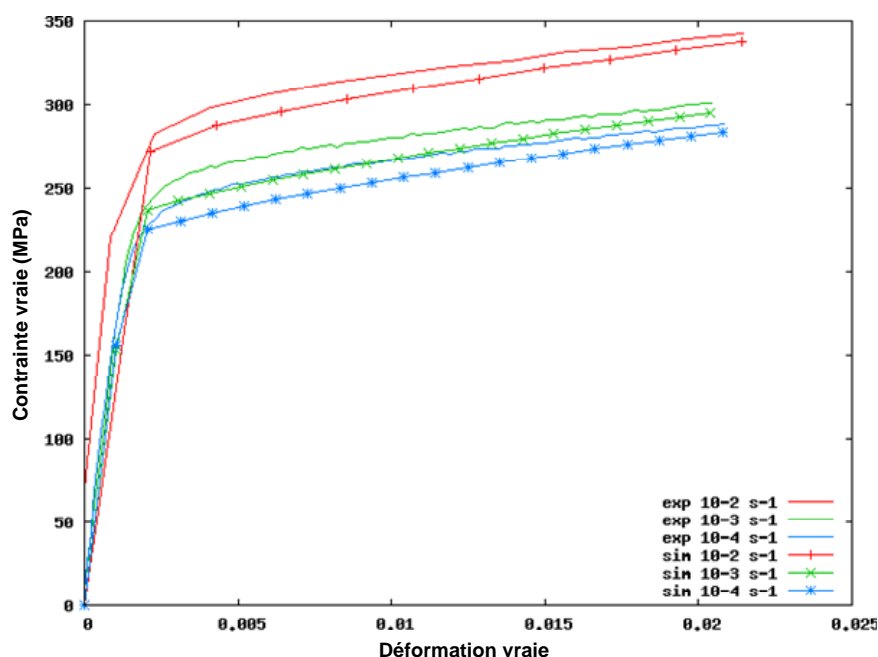
##### Identification des paramètres de viscosité

Pour identifier les paramètres de viscosité, trois essais de traction uniaxiale à l'ambiante ont été retenus. Ils correspondent aux vitesses de déformation suivantes :  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'identification des paramètres est réalisée sur les courbes jusqu'à 2% de déformation.

**Tableau A.2-3 : Paramètres matériaux après identification des paramètres de viscosité - Acier 304L**

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Erouissage isotrope			
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	e0	$K_1$ (MPa)	R0 (MPa)
Initiaux	<b>160000</b>	0,3	<b>1,88</b>	<b>695</b>	0,72	$10^{-6}$	1116	<b>185</b>
Finaux	<b>150000</b>	0,3	<b>1,71</b>	<b>944</b>	0,72	$10^{-6}$	1116	<b>215</b>

Les paramètres de l'érouissage isotrope  $m$ , ainsi que  $e0$  et  $K_1$  restent constants. Seuls les paramètres d'élasticité et de viscosité sont laissés libres. Les valeurs initiales et optimisées des paramètres de la loi de comportement sont présentées dans le Tableau A.2-3.



**Figure A.2-3: Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées après identification des paramètres de Norton - Acier 304L**

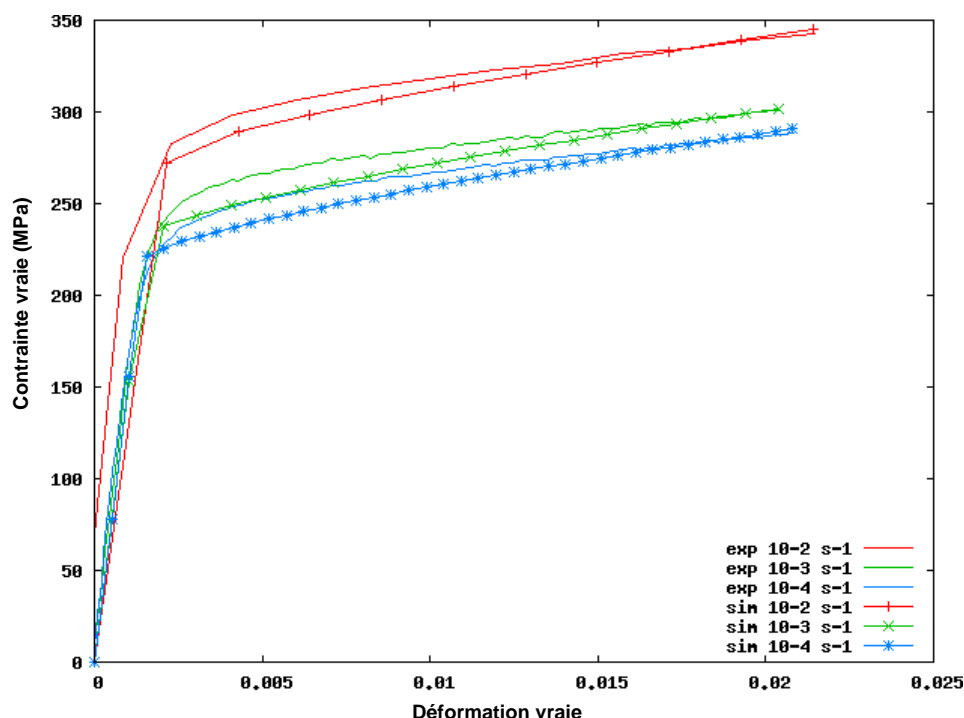
L'écart relatif entre les courbes semble bien restitué (Figure A.2-3), ce qui indique une bonne approximation des paramètres de viscosité. Il faut maintenant affiner la description de l'écrouissage. Dans un premier temps, on identifiera les paramètres de la loi d'écrouissage isotrope.

#### Identification des paramètres de l'écrouissage isotrope

Le même jeu d'essais à l'ambiante pour des vitesses de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a été retenu. L'identification des paramètres de l'écrouissage isotrope est réalisée sur les courbes jusqu'à 2% de déformation. Les paramètres élastiques et visqueux sont maintenus constants. Les paramètres  $m$ ,  $e_0$  et  $K_1$  sont laissés libres. Les valeurs initiales de ces paramètres et les valeurs optimisées sont présentées dans le Tableau A.2-4.

**Tableau A.2-4: Paramètres matériaux après identification des paramètres de l'écrouissage isotrope - Acier 304L**

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope			
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	$e_0$	$K_1$ (MPa)	R0 (MPa)
Initiaux	150000	0,3	1,71	944	<b>0,72</b>	$10^{-6}$	<b>1116</b>	215
Finaux	150000	0,3	1,71	944	<b>0,717</b>	$10^{-6}$	<b>1216</b>	215



**Figure A.2-4 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées après identification des paramètres de l'écrouissage isotrope – Acier 304L**

Les Figure A.2-3 et Figure A.2-4 présentent peu de différences. Effectivement les paramètres de l'écrouissage isotrope n'ont été que très peu modifiés sans amélioration significative de la fonction coût. Deux explications sont possibles :

- les courbes expérimentales sont utilisées jusqu'à 2% de déformation seulement.
- une unique variable d'écrouissage isotrope ne permet pas de décrire correctement l'écrouissage, ce que confirme la littérature (Leclercq 2005). Toutefois, seul un essai avec changement de trajet de chargement permettra d'identifier l'écrouissage cinématique.

On travaille désormais sur l'intégralité des courbes expérimentales au lieu de se limiter à 2% en déformation pour les identifications précédentes. L'objectif est de valider les paramètres d'écrouissage isotrope précédemment déterminés avant d'introduire un écrouissage cinématique dans la loi de comportement. Les valeurs des paramètres de la loi de comportement avant et après optimisation sont présentées dans le Tableau A.2-5.

**Tableau A.2-5 : Paramètres matériaux après identification des paramètres de l'écrouissage isotrope – Acier 304L**

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope			
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	e0	$K_1$ (MPa)	R0 (MPa)
Initiaux	150000	0,3	1,71	944	<b>0,717</b>	$10^{-6}$	<b>1216</b>	215
Finaux	150000	0,3	1,71	944	<b>0,7</b>	$10^{-6}$	<b>1112</b>	215

Comme attendu, les paramètres m et K1 ont peu varié après optimisation de l'écrouissage isotrope (Tableau A.2-5). Les courbes expérimentales sont approchées (Figure A.2-5) mais leur courbure est reproduite de façon approximative (Figure A.2-6). La fonction « coût » a pour sa part été diminuée de façon notable passant d'une valeur de 802 à 39. Il est à présent nécessaire de travailler sur l'écrouissage, en particulier en prenant en compte le rôle de l'écrouissage cinématique et en introduisant des chargements complexes pour découpler les effets des variables d'écrouissage isotropes et cinématiques.

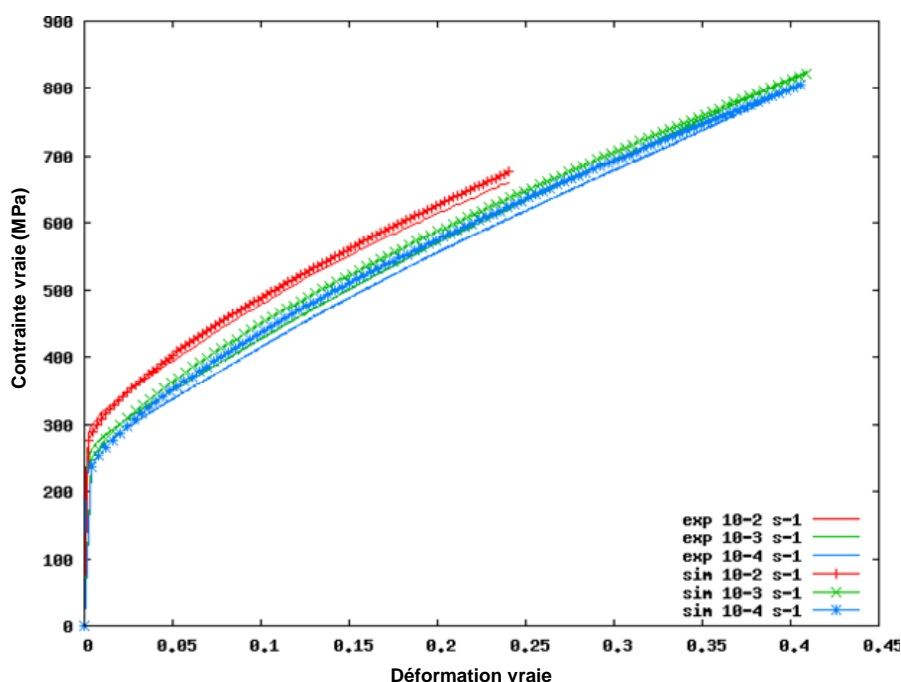


Figure A.2-5 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées après identification des paramètres de l'écrouissage isotrope – Acier 304L

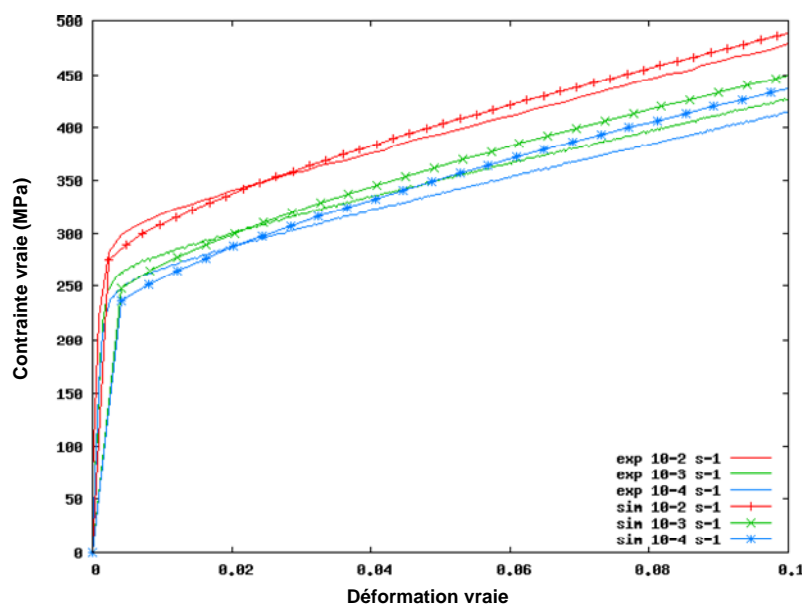


Figure A.2-6 : Zoom-Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées

#### Identification des paramètres de l'écrouissage cinématique

L'identification des paramètres de l'écrouissage cinématique ne peut pas être obtenue à partir d'un trajet de chargement monotone. On introduit donc dans la base expérimentale deux essais avec changement de direction de chargement. L'étape suivante consiste à libérer les paramètres de l'écrouissage isotrope et de l'écrouissage cinématique en même temps en attribuant le même poids à tous les essais de la base expérimentale (Tableau A.2-6).

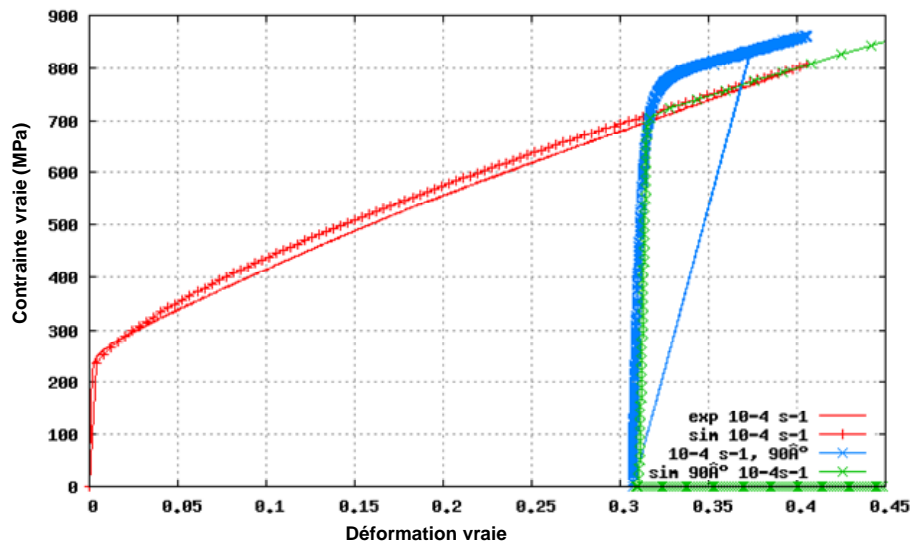
Tableau A.2-6 : Poids de chaque essai pour l'optimisation

$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-4</sup> avec R90°	10 <sup>-4</sup> avec R45°
Poids relatif	1	1	1	1	1

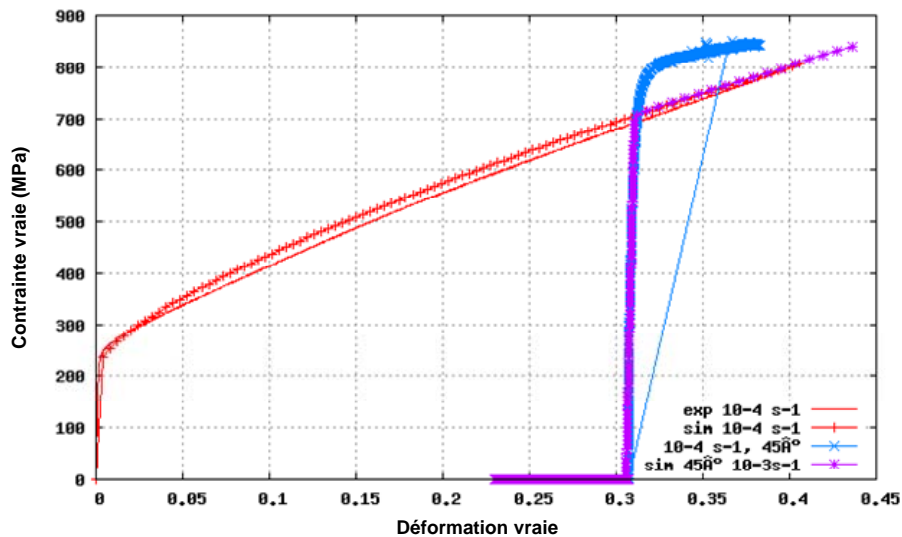
Le meilleur jeu de paramètres obtenu est présenté au Tableau A.2-7 et la comparaison des courbes expérimentales et simulées est présentée Figure A.2-7 et Figure A.2-8.

**Tableau A.2-7: Paramètres matériaux après identification de l'écrouissage cinématique – Acier 304L**

Paramètres à l'ambiante	Elasticité isotrope		Norton (viscosité)		Ecrouissage isotrope				Ecrouissage cinématique	
	E (MPa)	$\nu$	n	K (MPa)	m	e0	$K_1$ (MPa)	R0 (MPa)	C	D
Initiaux	150000	0,3	1,71	944	0,7	$10^{-6}$	1112	215	3222	2991
Finaux	150000	0,3	1,71	944	0,705	$10^{-6}$	1115	215	3734	2248



**Figure A.2-7 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées avec écrouissage cinématique, 90°, acier 304L**



**Figure A.2-8 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées avec écrouissage cinématique, 45°, acier 304L**

La loi de comportement utilisée permet uniquement de décrire un adoucissement du matériau lors d'un chargement complexe (90° ou 45°) par rapport à un trajet monotone.



### A.3. Calculs de la contrainte maximale $\sigma_{\max}$ et du taux de triaxialité des contraintes en fond d'entaille

Les essais de CSC sont réalisés sur éprouvettes axisymétriques de type TRC (Chapitre 3, Figure 3-2) avec un diamètre de 4 à 5 mm. Les éprouvettes sont entaillées afin d'atteindre des niveaux de concentration de contrainte en fond d'entaille très élevés durant les essais d'amorçage de la CSC. Cela permet de diminuer la durée des essais d'amorçage.

Trois entailles ont été usinées sur le fût de chaque éprouvette avec un espacement de 8 mm entre chaque entaille. L'entaille centrale est, selon les essais, une entaille en U ou une entaille en V. Selon sa forme, elle est respectivement appelée C ou V. Les deux entailles à 8 mm de l'entaille centrale sont dites symétriques et nommées A et B. Les entailles A et B sont toujours des entailles en forme de U. On notera qu'une seule entaille a été usinée pour l'éprouvette 1617T11T1.

La contrainte axiale ( $\sigma_{zz}$ ) maximale en fond d'entaille est obtenue par calculs aux éléments finis réalisés avec le code ASTER. La contrainte maximale est calculée pour le niveau de chargement maximal atteint lors de la première mise en charge. La loi de comportement utilisée est extrapolée sur les courbes de traction à 360°C obtenues pour les différentes conditions de pré-déformation.

Le taux de triaxialité des contraintes est calculé en utilisant la formule suivante :

$$\tau = \frac{1}{3} \left( \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{\sigma_{\text{équivalent}}} \right) \quad \text{A.3-1}$$

La Figure A.3-1 représente les évolutions de la contrainte suivant l'axe de sollicitation et de la contrainte équivalente de Von Mises en fonction de la distance au fond d'entaille pour l'acier 304L, T(36%), 90° sous une charge de 4400 N pour deux géométries d'entaille. La Figure A.3-2 présente l'évolution associée du taux de triaxialité des contraintes.

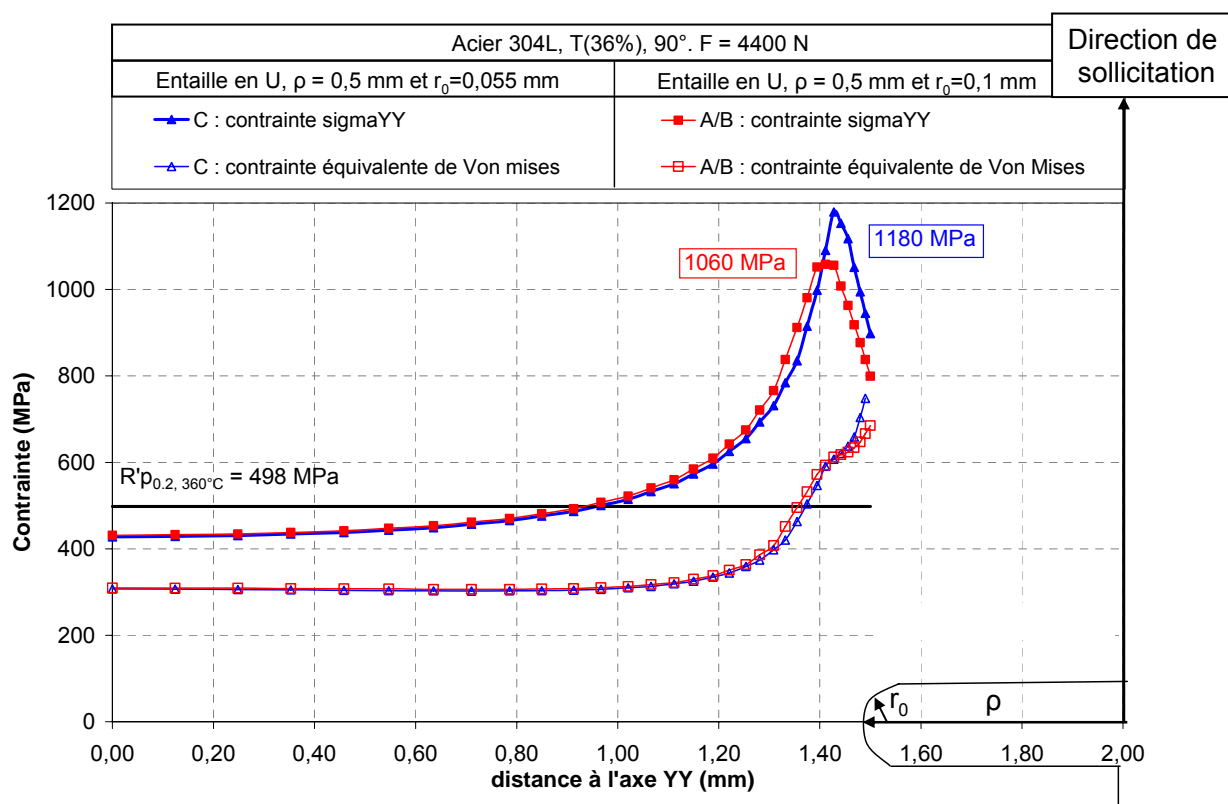
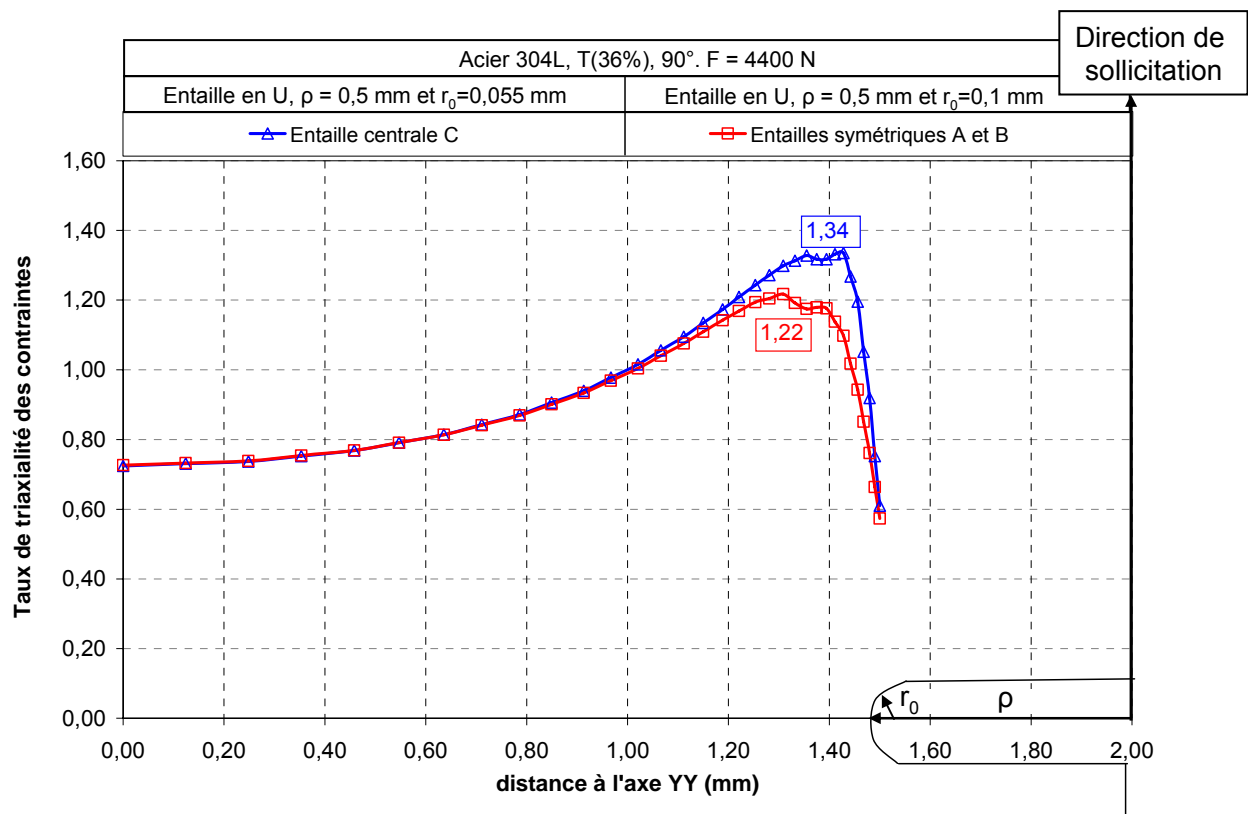


Figure A.3-1 : Profils des contraintes en fond d'entaille pour l'acier 304L T(36%), 90° sous une force appliquée de 4400 N



**Figure A.3-2 : Profil du taux de triaxialité en fond d'entaille pour l'acier 304L T(36%), 90° sous une force appliquée de 4400 N**

L'ensemble des résultats des calculs de chargement réalisés pour les essais de CSC est synthétisé Tableau A.3-1.

Tableau A.3-1 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 304L, 316L A et 316L B pré-déformés par traction ou laminage.

Eprouvettes	Acier	Pré-déformation	Taux de déformation généralisée	Direction	$R'p_{0.2}$ à 360°C (MPa)	Durée d'essai (h)	Entaille	Dimensions de l'entaille	F(N)	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	$\tau_{max}$
1510TT1-2	316L A	T(36%)	0,31	90°	478	2300	A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	4400	1010	2,10	1,23
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1115	2,35	1,41
1510TE1	304L				496		A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		1060	2,15	1,22
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1180	2,40	1,34
1510T0T1	316L A	T(36%)	0,31	45°	561	2950	A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	7500	1140	2,05	1,19
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1230	2,20	1,35
1510T0E1-2	304L				611		A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		1205	1,95	1,19
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1340	2,20	1,33
1510TT6	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	3075	A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	3400	880	1,95	1,22
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		985	2,20	1,35
1510TE6-26	304L				459		A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		930	2,05	1,23
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1060	2,30	1,41
1510TT7-25	316L A	T(26%)	0,23	90°	447	5000	A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	4200	970	2,15	1,25
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1080	2,40	1,40
1510TT5-25	304L				459		A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		1030	2,25	1,22
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1140	2,50	1,38
1510TT18-19	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3000	A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	2830	715	1,95	1,22
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		780	2,10	1,34
1510TE18-19	304L				391		A et B	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		750	1,90	1,23
							C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		835	2,15	1,36
1617T11-T1	316L A	T(11%)	0,10	90°	368	3300	C	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$	3200	820	2,25	1,37
1617L40T1-2	316L A	L(40%)	90°	90°	570	4400	V	$\rho = 0.5 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	4530	1180	2,05	1,23
							U (A/B)	$\rho = 0,6 \text{ mm}, r_0 = 0,125 \text{ mm}$		1160	2,05	1,23
1617L40CEA1-2	316L B				709 à 340°C		V	$\rho = 0,7 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		1420	2,00	1,38
							U (A/B)	$\rho = 0,7 \text{ mm}, r_0 = 0,125 \text{ mm}$		1500	2,10	1,50
1617T36T3-4	316L A	T(36%)	90°	90°	478	3000	V	$\rho = 0.9 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$	5800	1100	2,30	1,36
							U (A/B)	$\rho = 0,9 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1140	2,40	1,44
1617TCEA36T3-4	316L B				498		V	$\rho = 0.7 \text{ mm}, r_0 = 0,1 \text{ mm}$		1040	2,10	1,26
							U (A/B)	$\rho = 0,7 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1100	2,20	1,35
1617L40T3-4	316L A	L(40%)	90°	90°	570	1400	V	$\rho = 0.6 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$	4500	1170	2,05	1,24
							U (A/B)	$\rho = 0,6 \text{ mm}, r_0 = 0,125 \text{ mm}$		1380	2,40	1,4
1617T36T1-2	316L A				478		V	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1080	2,25	1,26
		T(36%)	90°			1400	U (A/B)	$\rho = 0,6 \text{ mm}, r_0 = 0,125 \text{ mm}$		1160	2,45	1,36
1617TCEA36T1-2	316L B				498		V	$\rho = 0,5 \text{ mm}, r_0 = 0,055 \text{ mm}$		1120	2,25	1,24
							U (A/B)	$\rho = 0,6 \text{ mm}, r_0 = 0,125 \text{ mm}$		1220	2,45	1,39

## A.4. Détail des résultats des essais d'amorçage à 360°C sur les aciers 304L, 316L A et 316L B pré-déformés par traction ou par laminage

L'ensemble des résultats des essais d'amorçage des fissures de CSC est présenté dans les Tableaux A.4-1 et A.4-2.

**Tableau A.4-1 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 304L et 316L A pré-déformés par traction. Dépouillement intégrant uniquement les amorces (profondeur > 1 µm)**

Acier inoxydable	Eprouvettes	Entaille	Etat de surface	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Nombre de fissures	Longueur totale de fissures (µm)	Nombre d'observations réalisées	Densité linéique des fissures (µm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures (µm)	Profondeur maximale des fissures (µm)
T(36%) α = 90° 2300h	316L A	1510TT1	A	2,1	0	0	2	0	0	0
		1510TT1	C	2,3	3	5	6	0,0029	2	2
		1510TT1	B	2,1	0	0	2	0	0	0
		1510TT2	A	2,1	1	7	4	0,0008	7	7
		1510TT2	C	2,3	1	2	4	0,0014	2	2
		1510TT2	B	2,1						
	304L	1510TE2	A	2,15	0	0	4	0	0	0
		1510TE2	C	2,4	2	6	4	0,0029	3	3
		1510TE2	B	2,15	0	0	4	0	0	0
	T(36%) α = 45° 2950h	316L A	1510T0T1	A	2,05	0	0	4	0	0
1510T0T1			C	2,2	0	0	4	0	0	0
1510T0T1			B	2,05						
304L		1510T0E1	A	1,95	0	0	4	0	0	0
		1510T0E1	C	2,2	0	0	4	0	0	0
		1510T0E1	B	1,95	0	0	4	0	0	0
		1510T0E2	A	1,95	0	0	4	0	0	0
		1510T0E2	C	2,2	0	0	4	0	0	0
		1510T0E2	B	1,95						
T(26%) α = 90° 3075h		316L A	1510TT6	A	1,95	0	0	4	0	0
	1510TT6		C	2,2	0	0	8	0	0	0
	1510TT6		B	1,95	0	0	8	0	0	0
	304L	1510TE6	A	2,05	0	0	8	0	0	0
		1510TE6	C	2,3	0	0	4	0	0	0
		1510TE6	B	2,05	5	16	4	0,0040	3	4
		1510TE26	A	2,05	0	0	4	0	0	0
		1510TE26	C	2,3	0	0	4	0	0	0
		1510TE26	B	2,05						
	T(26%) α = 90° 5000h	316L A	1510TT7	A	2,15	1	3	2	0,0016	3
1510TT7			C	2,4	6	20	6	0,0058	3	5
1510TT7			B	2,15	0	0	4	0,0000	0	0
1510TT25			A	2,15	4	4	4	0,0032	1	2
1510TT25			C	2,4						
304L		1510TT25	B	2,15	8	29	2	0,0127	4	7
		1510TE7	A	2,25	9	54	6	0,0048	6	17
		1510TE7	C	2,4	9	55	4	0,0130	6	11
		1510TE7	B	2,25	4	11	2	0,0064	3	4
		1510TE25	A	2,25						
T(11%) α = 90° 3000h	316L A	1510TE25	C	2,5						
		1510TE25	B	2,25	7	17	4	0,0056	2	5
		1510TT18	A	1,95	0	0	4	0	0	0
		1510TT18	C	2,1	0	0	4	0	0	0
		1510TT18	B	1,95	0	0	4	0	0	0
	304L	1510TT19	A	1,95	0	0	4	0	0	0
		1510TT19	C	2,1	0	0	4	0	0	0
		1510TT19	B	1,95						
		1510TE18	A	1,9	0	0	4	0	0	0
		1510TE18	C	2,15	0	0	4	0	0	0
T(11%) β = 90° 3300h	316L A	1510TE18	B	1,9	0	0	4	0	0	0
		1510TE19	A	1,9	0	0	4	0	0	0
		1510TE19	C	2,15	0	0	4	0	0	0
		1510TE19	B	1,9						
		1617T11T1	C	Electro-érosion + fil	2,25	9	34	4	0,0130	4

**Tableau A.4-2 : Résultats des essais d'amorçage de la CSC à 360°C sur les aciers 316L A et 316L B pré-déformés par traction ou par laminage. Dépouillement intégrant uniquement les amorces (profondeur > 1 µm)**

Acier inoxydable	Eprouvettes	Entaille	Etat de surface	$\sigma_{max}/R'p_{0.2}$ (360°C)	Nombre de fissures	Longueur totale de fissures (µm)	Nombre d'observations réalisées	Densité linéique des fissures (µm <sup>-1</sup> )	Profondeur moyenne des fissures (µm)	Profondeur maximale des fissures (µm)
L(40%) α = 90° 4400h	316L A	1617L40T1	A Electro-érosion	2,05	19	103	4	0,0151	5	16
		1617L40T1	V Rectification	2,05	12	155	6	0,0051	13	31
		1617L40T1	B Electro-érosion + fil	2,05	37	131	6	0,0196	4	11
		1617L40T2	A Electro-érosion	2,05	13	106	2	0,0207	8	16
		1617L40T2	V Rectification	2,05	2	17	2	0,0025	8	12
		1617L40T2	B Electro-érosion + fil	2,05	11	54	2	0,0175	5	8
	316L B	1617L40CEA1	A Electro-érosion	2,1	5	241	2	0,0080	48	101
		1617L40CEA1	V Electro-érosion	2	14	348	2	0,0178	25	114
		1617L40CEA1	B Electro-érosion + fil	2,1	15	55	2	0,0239	4	7
		1617L40CEA2	A Electro-érosion	2,1	15	296	2	0,0239	20	88
		1617L40CEA2	V Electro-érosion	2	rompue					
		1617L40CEA2	B Electro-érosion + fil	2,1	17	80	2	0,0271	5	8
T(36%) α = 90° 3000h	316L A	1617T36T3	A Electro-érosion + fil	2,4	6	23	2	0,0095	4	8
		1617T36T3	V Rectification	2,3	2	5	2	0,0025	2	2
		1617T36T3	B Electro-érosion + fil	2,4	4	25	2	0,0064	6	7
		1617T36T4	A Electro-érosion + fil	2,4	13	45	2	0,0207	3	6
		1617T36T4	V Rectification	2,3	5	46	2	0,0064	9	17
		1617T36T4	B Electro-érosion + fil	2,4	1	2	2	0,0016	2	2
	316L B	1617T36CEAT3	A Electro-érosion + fil	2,2	6	33	2	0,0095	6	9
		1617T36CEAT3	V Rectification	2,1	3	50	2	0,0038	17	36
		1617T36CEAT3	B Electro-érosion + fil	2,2	5	69	2	0,0080	14	19
		1617T36CEAT4	A Electro-érosion + fil	2,2	1	10	4	0,0008	10	10
		1617T36CEAT4	V Rectification	2,1	0	0	2	0	0	0
		1617T36CEAT4	B Electro-érosion + fil	2,2	0	0	2	0	0	0
L(40%) α = 90° 1400h	316L A	1617L40T3	A Electro-érosion + fil	2,4	0	0	6	0,0000	0	0
		1617L40T3	V Rectification	2,05	1	3	6	0,0004	3	3
		1617L40T3	B Electro-érosion	2,4	5	191	2	0,0145	38	100
		1617L40T4	A Electro-érosion + fil	2,4	10	30	2	0,0289	3	8
		1617L40T4	V Rectification	2,05	0	0	2	0,0000	0	0
		1617L40T4	B Electro-érosion	2,4	3	14	2	0,0087	5	6
T(36%) α = 90° 1400h	316L A	1617T36T1	A Electro-érosion + fil	2,45	9	19	6	0,0087	2	3
		1617T36T1	V Rectification	2,25	0	0	4	0,0000	0	0
		1617T36T1	B Electro-érosion	2,45	9	304	6	0,0087	34	64
		1617T36T2	A Electro-érosion + fil	2,45						
		1617T36T2	V Rectification	2,25	7	25	6	0,0030	4	8
		1617T36T2	B Electro-érosion	2,45	3	15	6	0,0029	5	9
	316L B	1617TCEA36T1	A Electro-érosion + fil	2,45	11	34	6	0,0106	3	11
		1617TCEA36T1	V Rectification	2,25	5	22	4	0,0032	4	12
		1617TCEA36T1	B Electro-érosion	2,45	6	106	6	0,0058	18	52
		1617TCEA36T2	A Electro-érosion + fil	2,45	5	22	2	0,0145	4	10
		1617TCEA36T2	V Rectification	2,25	5	15	4	0,0032	3	6
		1617TCEA36T2	B Electro-érosion	2,45	0	0	4	0,0000	0	0







## Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des REP

**RESUME:** Les aciers inoxydables austénitiques de type 304L et 316L sont largement employés dans le circuit primaire des centrales nucléaires à Réacteurs à Eau sous Pression (REP). Le retour d'expérience indique la présence d'un nombre limité de fissures intergranulaires dues à la corrosion sous contrainte (CSC) sur des composants en acier inoxydable écroui. Il a été démontré qu'une pré-déformation importante associée à un chargement cyclique favorise la propagation des fissures de CSC. L'objectif de l'étude est d'améliorer la compréhension du rôle de la pré-déformation par traction ou par laminage sur les mécanismes d'amorçage de la CSC pour les aciers inoxydables austénitiques. Le comportement mécanique des matériaux écrouis a été caractérisé et des essais d'amorçage en milieu primaire simulé ont été réalisés sur des éprouvettes entaillées. L'ensemble des essais d'amorçage réalisés a confirmé un fort effet du trajet de chargement sur la sensibilité à l'amorçage des matériaux étudiés, quel que soit le niveau de pré-déformation. Un critère global a été proposé pour réunir les deux aspects de l'amorçage de la fissuration que sont la densité de fissures et leur profondeur. Ce critère est utile pour caractériser l'amorçage tandis que la profondeur maximale de fissure est le paramètre pertinent pour définir la transition entre propagation lente et propagation rapide. Des cartes de sensibilité à l'amorçage vrai ont été établies. Une profondeur critique de fissure de 10 à 20  $\mu\text{m}$  a été déterminée pour les aciers 316L A et B pré-déformés par laminage. Elle est comprise entre 20  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  pour les matériaux pré-déformés par traction. Une ébauche de modèle d'ingénierie applicable aux aciers inoxydables austénitiques a été proposée : l'effet de la température est négligeable dans la gamme 290°C-360°C et l'impact de la contrainte sur le temps pour obtenir la transition varie comme  $(\sigma_{\text{max}}/R_{p0.2, T^{\circ}\text{C}})^{11.5}$ . L'effet du trajet de chargement ainsi que de l'écaillage de surface dû à l'usinage sont intégrés indirectement à l'indice de contrainte, à ce stade du modèle. L'effet « matériau » observé dans cette étude tient principalement à l'effet du trajet de déformation. La puissance élevée de la dépendance à la contrainte traduit l'intégration de différents paramètres favorisant la localisation de la déformation. Pour cette raison, il sera nécessaire de définir le champ des contraintes locales pour parvenir à une modélisation plus physique.

**Mots clés :** aciers inoxydables austénitiques, corrosion sous contrainte, amorçage, milieu primaire, pré-déformation, trajet de chargement.

### Initiation of stress corrosion cracking in pre-strained austenitic stainless steels exposed to primary water

**ABSTRACT:** Austenitic stainless steels are widely used in primary circuits of Pressurized Water Reactors (PWR) plants. However, a limited number of cases of Intergranular Stress Corrosion Cracking (IGSCC) has been detected in cold-worked (CW) areas of non-sensitized austenitic stainless steel components in French PWRs. A previous program launched in the early 2000's identified the required conditions for SCC of cold-worked stainless steels. It was found that a high strain hardening coupled with a cyclic loading favoured SCC. The present study aims at better understanding the role of pre-straining on crack initiation and at developing an engineering model for IGSCC initiation of 304L and 316L stainless steels in primary water. Such model will be based on SCC initiation tests on notched (not pre-cracked) specimens under "trapezoidal" cyclic loading. The effects of pre-straining (tensile versus cold rolling), cold-work level and strain path on the SCC mechanisms are investigated. Experimental results demonstrate the dominating effect of strain path on SCC susceptibility for all pre-straining levels. Initiation can be understood as crack density and crack depth. A global criterion has been proposed to integrate both aspects of initiation. Maps of SCC initiation susceptibility have been proposed. A critical crack depth between 10 and 20  $\mu\text{m}$  has been demonstrated to define transition between slow propagation and fast propagation for rolled materials. For tensile pre-straining, the critical crack depth is in the range 20 - 50  $\mu\text{m}$ . Experimental evidences support the notion of a  $K_{\text{ISCC}}$  threshold, whose value depends on materials, pre-straining and load applied. The initiation time has been found to depend on the applied loading as a function of  $(\sigma_{\text{max}}/YV)^{11.5}$ . The effect of both strain path and surface hardening is indirectly taken into account via the yield stress. In this study, material differences rely on strain path effect on mechanical properties. As a result, a stress high exponent has been identified which includes all micro-scale mechanisms leading to strain localisation at initiation sites.

**Keywords:** austenitic stainless steels, stress corrosion cracking, initiation, primary water, pre-straining, strain path.